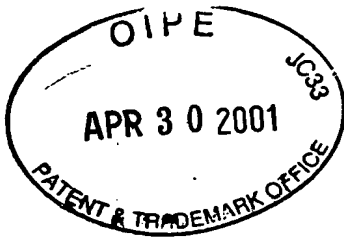


# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



## Bescheinigung

Die Merck Patent GmbH in Darmstadt/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Flüssigkristallmedium und elektrooptische Anzeige enthaltend Flüssigkristallmedium"

am 27. August 1999 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht und erklärt, dass sie dafür die Inneren Prioritäten der Anmeldungen in der Bundesrepublik Deutschland vom 28. August 1998, Aktenzeichen 198 39 146.3, vom 3. März 1999, Aktenzeichen 199 09 238.9 und vom 12. April 1999, Aktenzeichen 199 16 496.7, in Anspruch nimmt.

Das angeheftete Stück ist eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlage dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole C 09 K, C 07 C und C 07 D der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

**RECEIVED**  
MAY 3 2001  
**TC 1700**

München, den 22. Dezember 1999

**Deutsches Patent- und Markenamt**

**Der Präsident**

Im Auftrag

**Werner**

Aktenzeichen: 199 40 655.3

## Flüssigkristallmedium und elektrooptische Anzeige enthaltend Flüssigkristallmedium

Die vorliegende Erfindung betrifft mittels einer aktiven Matrix angesteuerte Flüssigkristallanzeigen (AMDs oder AMLCDs nach Englisch Active Matrix addressed Liquid Cystal Displays) und zwar insbesondere solche, die eine aktive Matrix aus Dünnschichttransistoren (TFT nach Englisch Thin Film Transistors) oder aus Varistoren verwenden. Außerdem betrifft die vorliegende Anmeldung Flüssigkristallmedien zur Anwendung in solchen Anzeigen. Solche AMDs können verschiedene aktive elektronische Schaltelemente verwenden. Am weitesten verbreitet sind solche Anzeigen die drei-polige Schaltelemente verwenden. Diese sind auch in der vorliegenden Erfindung bevorzugt. Beispiele für derartige drei-polige Schaltelemente sind MOS (Metal Oxide Silicon) Transistoren oder die bereits erwähnten TFTs oder Varistoren. Bei den TFTs werden verschiedene Halbleitermaterialien, überwiegend Silizium oder auch Cadmiumselenid, verwendet. Insbesondere wird polykristallines Silizium oder amorphes Silizium verwendet. Im Gegensatz zu den drei-poligen elektronischen Schaltelementen können in AMDs auch Matrizen aus 2-poligen Schaltelementen wie z.B. MIM (Metall Insulator Metal) Dioden, Ringdioden oder "Back to back"-Dioden eingesetzt werden. Diese sind jedoch, wie auch unten näher erläutert, wegen der schlechteren erzielten elektrooptischen Eigenschaften der AMDs nicht bevorzugt.

In derartigen Flüssigkristallanzeigen werden die Flüssigkristalle als Dielektrika verwendet, deren optische Eigenschaften sich bei Anlegen einer elektrischen Spannung reversibel ändern. Elektrooptische Anzeigen die Flüssigkristalle als Medien verwenden sind dem Fachmann bekannt. Diese Flüssigkristallanzeigen verwenden verschiedene elektrooptische Effekte. Die gebräuchlichsten hiervon sind der TN-Effekt (Twisted nematic, mit einer um ca. 90° verdrehten nematischen Struktur), der STN-Effekt (Supertwisted nematic) und der SBE-Effekt (Supertwisted birefringence effect). Bei diesen und ähnlichen elektrooptischen Effekten werden flüssigkristalline Medien mit positiver dielektrischer Anisotropie ( $\Delta\epsilon$ ) verwendet.

Da bei Anzeigen im allgemeinen, also auch bei Anzeigen nach diesen Effekten, die Betriebsspannung möglichst gering sein soll, werden Flüssigkristallmedien mit großer dielektrischer Anisotropie eingesetzt, die in der Regel überwiegend aus dielektrisch positiven Flüssigkristallverbindungen zusammengesetzt sind und allenfalls kleinere/geringere Anteile an dielektrisch neutralen Verbindungen enthalten.

Neben den genannten elektrooptischen Effekten, welche Flüssigkristallmedien mit positiver dielektrischer Anisotropie benötigen, gibt es andere elektrooptische Effekte welche Flüssigkristallmedien mit negativer dielektrischer Anisotropie verwenden, wie z.B. der ECB-Effekt (Electrically Controlled Birefringence) und seine Unterformen DAP (Deformation of Aligned Phases), VAN (Vertically Aligned Nematics) und CSH (Color Super Homeotropics).

Der in letzter Zeit verstärkt eingesetzte IPS-Effekt (In Plane Switching) kann sowohl dielektrisch positive wie auch dielektrisch negative Flüssigkristallmedien verwenden, ähnlich wie auch "guest/host" also Gast/Wirt-Anzeigen, die Farbstoffe je nach verwandtem Anzeigemodus entweder in dielektrisch positiven oder in dielektrisch negativen Medien einsetzen können.

Die in den obengenannten und alle ähnlichen Effekte ausnutzenden Flüssigkristallanzeigen, eingesetzten Flüssigkristallmedien bestehen in der Regel überwiegend und meist sogar weitestgehend aus Flüssigkristallverbindungen mit der entsprechenden dielektrischen Anisotropie, also bei dielektrisch positiven Medien aus Verbindungen mit positiver dielektrischer Anisotropie und bei dielektrisch negativen Medien aus Verbindungen mit negativer dielektrischer Anisotropie.

Bei den jeweiligen Arten von Medien (dielektrisch positiv bzw. dielektrisch negativ) werden typischerweise allenfalls nennenswerte Mengen an dielektrisch neutralen Flüssigkristallverbindungen eingesetzt, da generell die Flüssigkristallanzeigen möglichst niedrige Ansteuerspannungen haben müssen. Aus diesem Grund werden Flüssigkristallverbindungen mit dem der dielektrischen Anisotropie des Medium entgegengesetzten Vorzeichen

der dielektrischen Anisotropie in der Regel äußerst sparsam oder gar nicht eingesetzt.

5 Eine Ausnahme bilden hier flüssigkristalline Medien für MIM-Anzeigen (Metal Insulator Metal) [J.G. Simmons, Phys. Rev. Vol 155 No. 3, pp. 657-660; K. Niwa et al., SID 84 Digest, pp. 304-307, June 1984] bei denen die Flüssigkristallmedien auf einer aktiven Matrix aus Dünnschichttransistoren (TFD, Thin Film Diodes) angesteuert werden. Bei dieser Art von Ansteuerung, die die nicht lineare Kennlinie der Diodenschaltung ausnutzt, kann im  
10 Gegensatz zu TFT-Anzeigen kein Speicherkondensator gemeinsam mit den Elektroden der Flüssigkristallanzeigeelemente (Pixeln) aufgeladen werden. Somit ist zur Verminderung des Effekts des Spannungsabfalls während des Ansteuerzyklus ein möglichst großer Grundwert der Dielektrizitätskonstante erforderlich. Bei dielektrisch positiven Medien wie sie z.B.  
15 bei MIM-TN-Anzeigen eingesetzt werden, muß also die Dielektrizitätskonstante senkrecht zur Molekülachse ( $\epsilon_{\perp}$ ) möglichst groß sein, da sie die Grundkapazität des Pixels bestimmt. Hierzu werden wie in WO 93/01253, EP 0 663 502 und DE 195 21 483 in den dielektrisch positiven Flüssigkristallmedien, neben dielektrisch positiven Verbindungen, Verbindungen  
20 mit negativer dielektrischer Anisotropie eingesetzt.

Beim Aufladen der Elektroden des Bildelementes mittels TFT-Ansteuerung wird die anliegende Spannung durch die parasitäre Kapazität zwischen Basis (gate) und Quelle (source) des TFTs um eine DC offset Spannung ( $\Delta V$ ) verschoben.  $\Delta V$  ist proportional zum Kehrwert der Pixelkapazität ( $C_{pix}$ ). Hieraus ist ersichtlich, daß wenn die Pixelkapazität sowohl beim angeschalteten (on) als auch beim teil- und insbesondere beim halbgeschalteten Pixel (semi-off Zustand) relativ groß ist, der unerwünschte Effekt reduziert und  $\Delta V$  kleiner wird.

30 In EP 0 394 419 werden dielektrisch positive Flüssigkristallmedien für Aktiv-Matrix-Anzeigen basierend auf dielektrisch neutralen und dielektrisch positiven Flüssigkristallverbindungen vorgeschlagen, die optional dielektrisch negative Verbindungen enthalten können. Obwohl EP 0 394 419  
35 mehrere Beispiele für dielektrisch negative Flüssigkristallverbindungen vorschlägt, gibt diese Patentanmeldung mit Beispiel 22 nur ein einziges

von insgesamt 72 Beispielen, das eine dielektrische negative Verbindung enthält und diese auch nur zu einem sehr geringen Anteil von 4 %.

5 Die Flüssigkristallmedien des Standes der Technik haben relativ geringe  
Tieftemperaturstabilitäten. So reichen die nematischen Phasen oft nur  
hinab bis  $-20^{\circ}\text{C}$  und teilweise sogar nur bis  $0^{\circ}\text{C}$ . Außerdem sind auch  
gleichzeitig die Schwellenspannungen ( $V_{10}$ ) relativ hoch, meistens sogar  
größer als 2 V. Zum größten Teil weisen die Flüssigkristallmedien des  
10 Standes der Technik relativ große Werte für  $\Delta n$  auf, die oft größer als 0,10,  
zum Teil sogar signifikant größer als 0,10 und überwiegend größer als  
0,09 sind. Derartig große  $\Delta n$ -Werte sind jedoch für TN-Anzeigen im ersten  
Transmissionsminimum nach Gooch und Tarry, also bei einer optischen  
Verzögerung  $d \cdot \Delta n$  von ungefähr  $0,5 \mu\text{m}$ , wie sie zur Erzielung einer guten  
geringen Blickwinkelabhängigkeit des Kontrasts eingesetzt wird  
15 (DE 30 22 818) nicht besonders vorteilhaft. Derartig große  $\Delta n$ -Werte  
erfordern die Realisierung sehr geringer Schichtdicken, die zwar günstig  
für die beobachteten Schaltzeiten sind, jedoch zu geringen Produktions-  
ausbeuten führen.

20 Somit bestand und besteht ein großer Bedarf an Flüssigkristallmedien, die  
die Nachteile der Medien aus dem Stand der Technik nicht oder zumindest  
in deutlich vermindertem Umfang aufweisen und die gleichzeitig ein gerin-  
ges Übersprechen (Englisch "cross talk") zwischen benachbarten Pixeln,  
insbesondere zwischen angeschalteten Pixeln und benachbarten ausge-  
25 schalteten Pixeln, aufweisen.

Ferner ist bei einigen mit einer Aktiv Matrix angesteuerten Anzeigen ein  
sogenannter "Flicker" zu beobachten. Dieser Effekt wird sowohl bei  
Anzeigen im TN-Mode als auch besonders bei solchen im VAN-Mode  
30 beobachtet. Dieser störende Effekt wird zumindestens zum Teil auf den  
Spannungs-Offset  $\Delta V$  der an der LC-Zelle anliegenden Spannung  
zurückgeführt, welcher seinerseits durch die wechselnde Polarität der  
Drain-Spannung an den Transistoren der Aktiven Matrix verursacht wird.

35

35

35

35



35

35

35



35



35



35

35

35

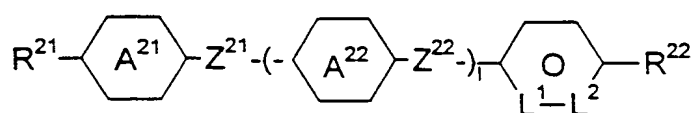
X = F oder  
OCF<sub>2</sub>H F und im Falle

X = OCF<sub>3</sub> H oder F

n und m jeweils unabhängig voneinander 0 oder 1

bedeuten;

b) eine oder mehrere dielektrisch negative Verbindung(en) der Formel II

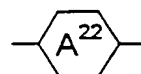
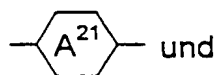


II

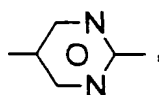
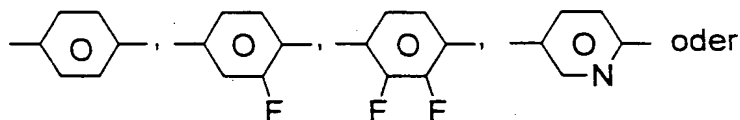
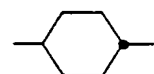
worin

R<sup>21</sup> und R<sup>22</sup> jeweils unabhängig voneinander die bei Formel I für R<sup>1</sup> gegebene Bedeutung haben,

Z<sup>21</sup> und Z<sup>22</sup> jeweils unabhängig voneinander die oben bei Formel I für Z<sup>11</sup> gegebene Bedeutung haben,



jeweils unabhängig voneinander



L<sup>1</sup> und L<sup>2</sup> beide C-F oder eines von beiden N und das andere C-F und

I 0 oder 1

bedeuten;

5 bevorzugt X F oder OCF<sub>3</sub>, insbesondere bevorzugt F; bevorzugt R<sup>22</sup> Alkyl oder Alkoxy mit 1-7 C-Atomen, bevorzugt L<sup>1</sup> und L<sup>2</sup> beide C-F.

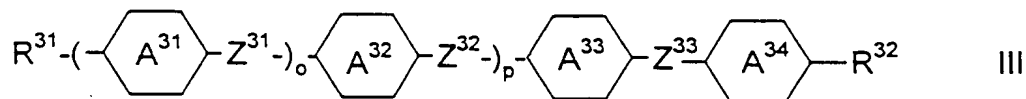
Insbesondere bevorzugt bedeuten  und

10 , wenn vorhanden,  oder 

und optional

c) eine oder mehrere dielektrisch neutrale Verbindungen der Formel III

15



worin

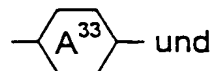
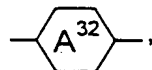
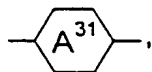
20

R<sup>31</sup> und R<sup>32</sup> jeweils unabhängig voneinander die oben bei Formel I für R<sup>1</sup> gegebene Bedeutung besitzen und

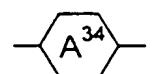
25

Z<sup>31</sup>, Z<sup>32</sup> und Z<sup>33</sup> jeweils unabhängig voneinander -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CH=CH-, -CH<sub>2</sub>O-, -OCH<sub>2</sub>-, -CF<sub>2</sub>O-, -OCF<sub>2</sub>-, -COO- oder eine Einfachbindung und gegebenenfalls eine von Z<sup>31</sup>, Z<sup>32</sup> und Z<sup>33</sup> -CF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>-

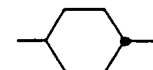
30



35

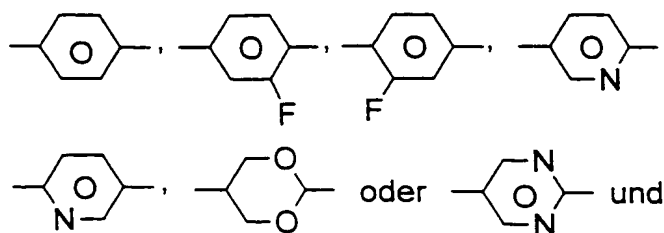


jeweils unabhängig voneinander





5



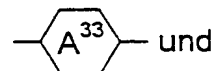
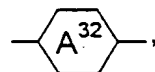
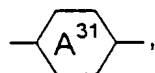
o und p unabhängig voneinander 0 oder 1

10

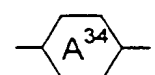
bevorzugt jedoch

$R^{31}$  und  $R^{32}$  jeweils unabhängig voneinander Alkyl oder Alkoxy mit 1-5 C-Atomen oder Alkenyl mit 2-5 C-Atomen,

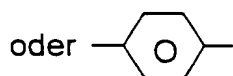
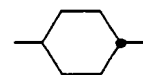
15



20

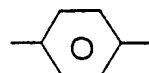


jeweils unabhängig voneinander



25

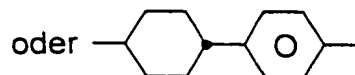
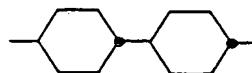
und ganz besonders bevorzugt mindestens zwei dieser Ringe



und/oder , ganz besonders bevorzugt

30

wobei ganz besonders bevorzugt zwei benachbarte Ringe direkt verknüpft sind und zwar bevorzugt

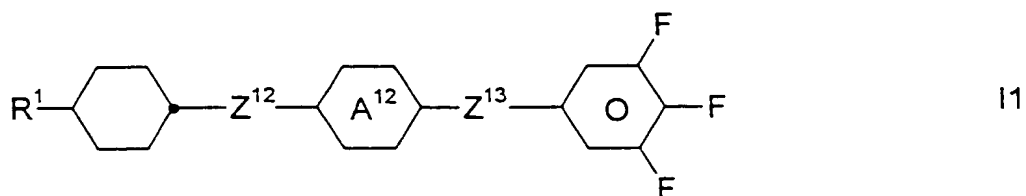


35

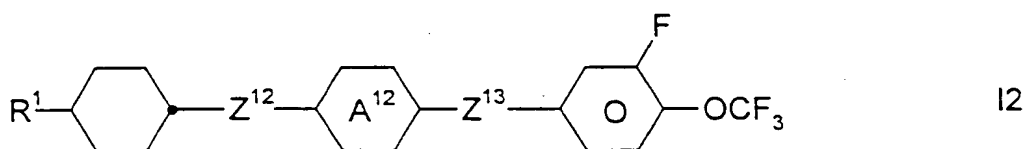
bedeuten.

Bevorzugt enthalten die Flüssigkristallmedien eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln I1 bis I4:

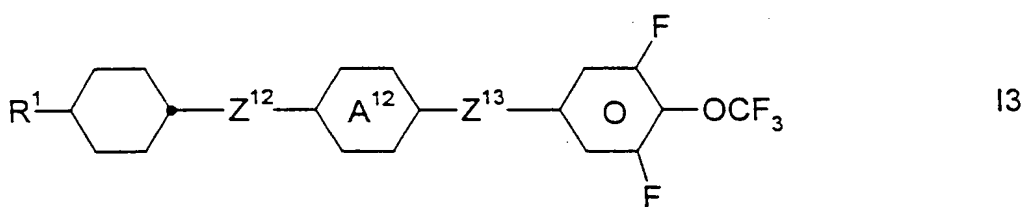
5



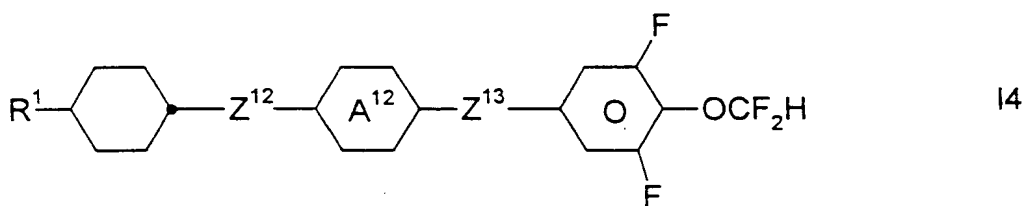
10



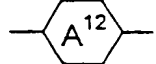
15



20



25

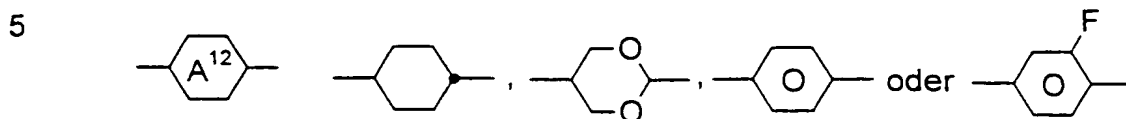
worin  $R^1$ ,  $Z^{12}$ ,  $Z^{13}$  und  die oben für Formel I gegebene Bedeutung haben, jedoch bevorzugt

30

$R^1$  Alkyl mit 1-7 C-Atomen oder Alkenyl mit 2-7 C-Atomen, bevorzugt Vinyl oder 1E Alkenyl,

35

eine von  $Z^{12}$  und  $Z^{13}$  eine Einfachbindung und die andere  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ ,  $-\text{COO}-$  oder eine Einfachbindung und

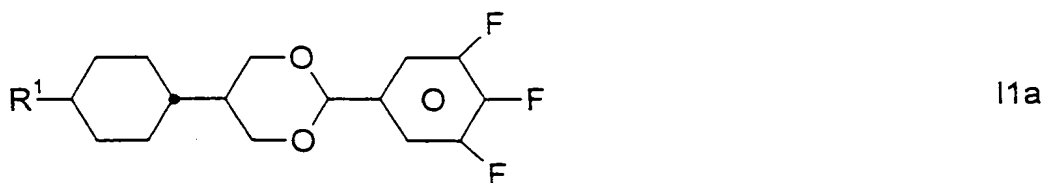


bedeuten.

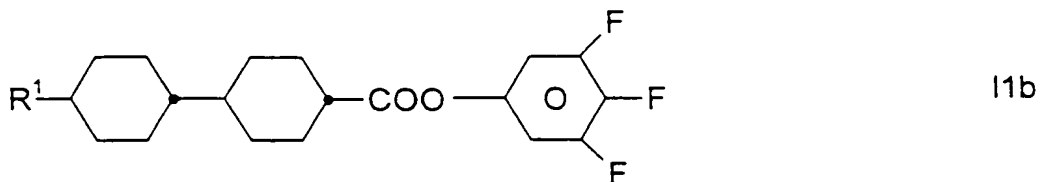
10

Besonders bevorzugt enthalten die Flüssigkristallmedien eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln I1a bis I1e, I2a bis I2e, I3a bis I3e und I4a bis I4e:

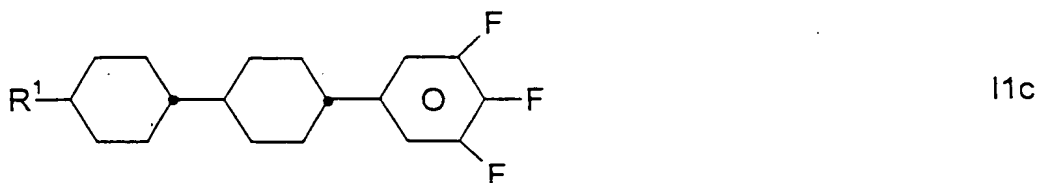
15



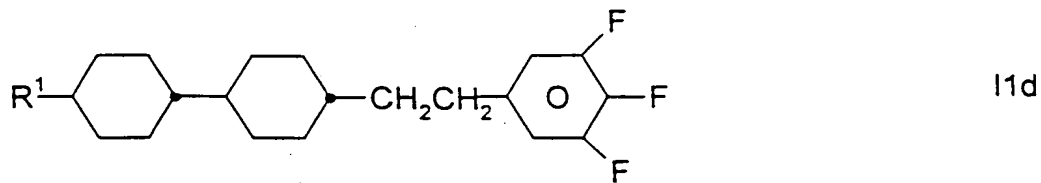
20



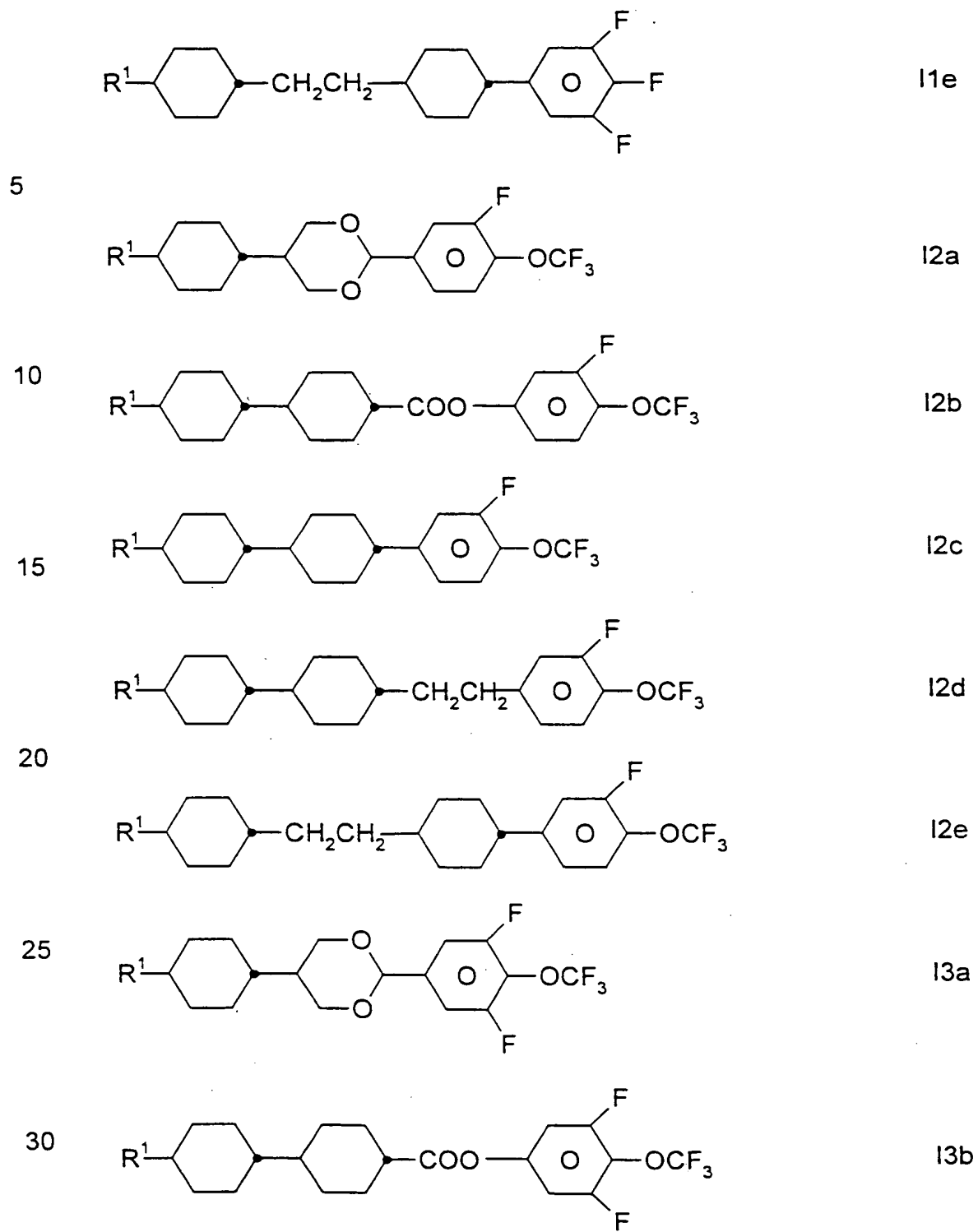
25



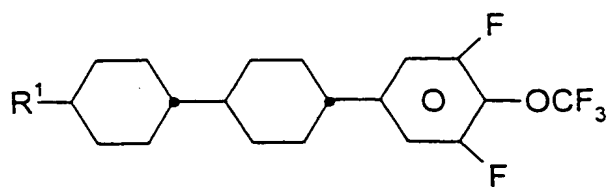
30



35

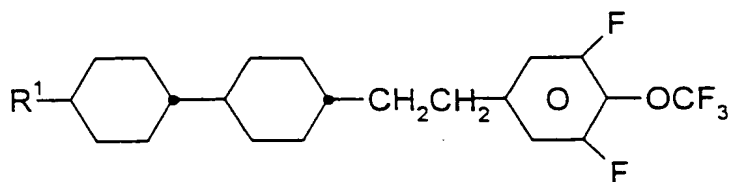


5



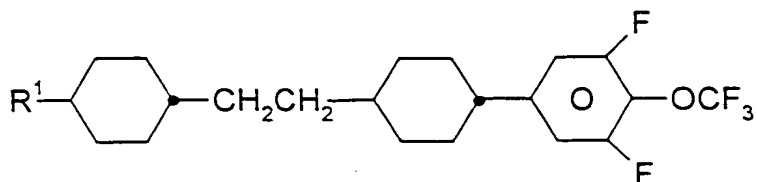
13c

10



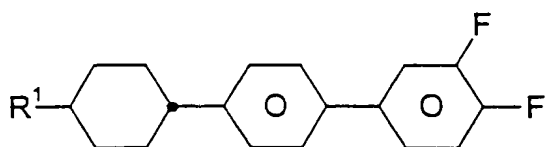
13d

15



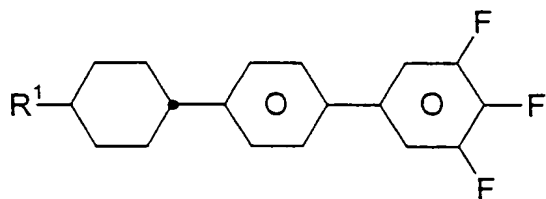
13e

20



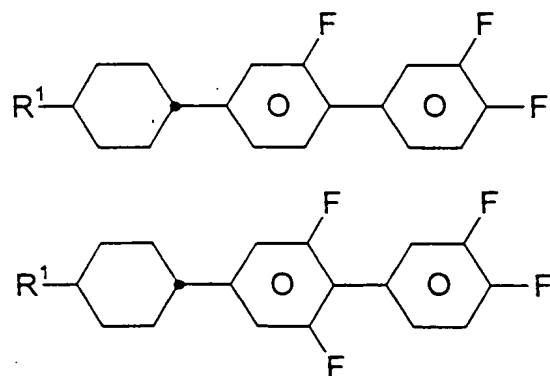
14a

25



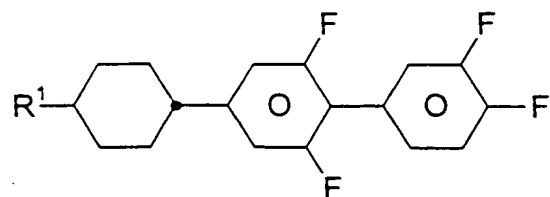
14b

30

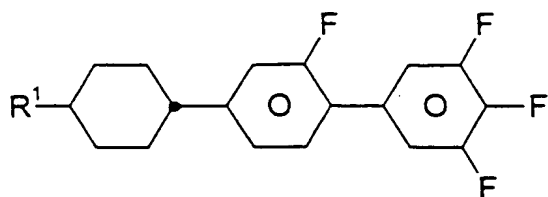


14c

35



14d



I4e

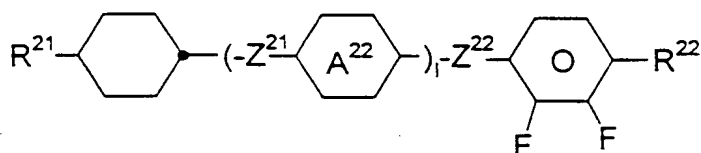
5

worin R<sup>1</sup> die oben bei Formel I angegebene und bevorzugt die oben bei Formel II angegebene Bedeutung hat. Insbesondere ist R<sup>1</sup> Ethyl, n-Propyl, n-Butyl oder n-Pentyl.

10


Bevorzugt enthält das Flüssigkristallmedium eine oder mehrere Verbindungen der Formel II1

15



II1

20

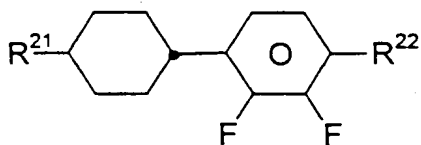
worin R<sup>21</sup>, R<sup>22</sup>, Z<sup>21</sup>, Z<sup>22</sup>  und I jeweils die oben bei

Formel II gegebene Bedeutung besitzen. Bevorzugt ist R<sup>21</sup> Alkyl mit 1-5 C-Atomen, R<sup>21</sup> Alkyl oder Alkoxy jeweils mit 1 bis 5 C-Atomen, und Z<sup>22</sup> sowie Z<sup>21</sup>, wenn vorhanden, eine Einfachbindung.

25

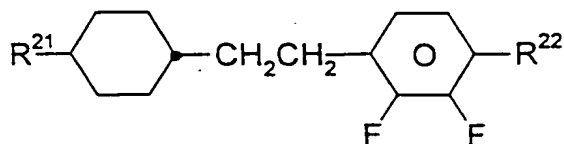
Besonders bevorzugt enthalten die Flüssigkristallmedien eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln II1a bis II1e:

30

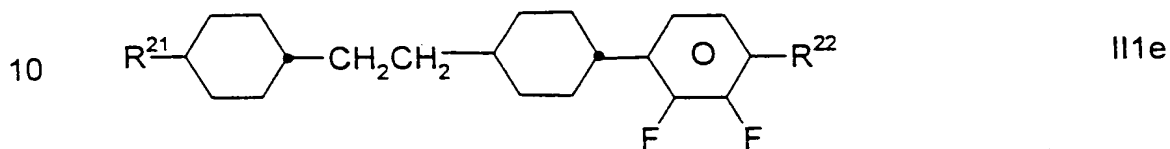
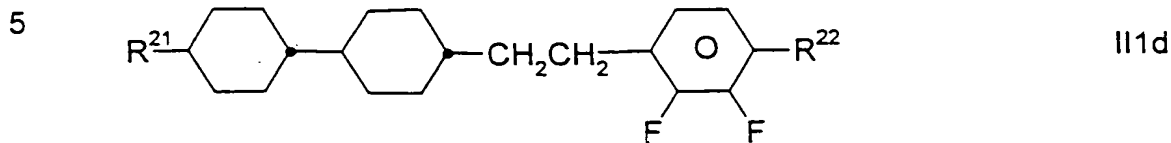
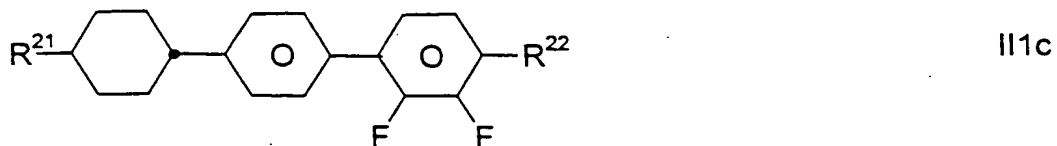


II1a

35

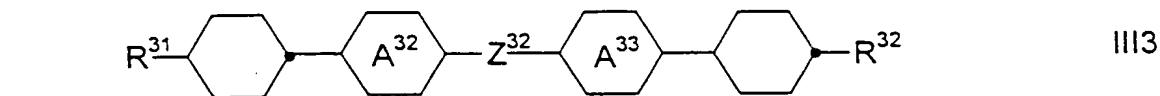
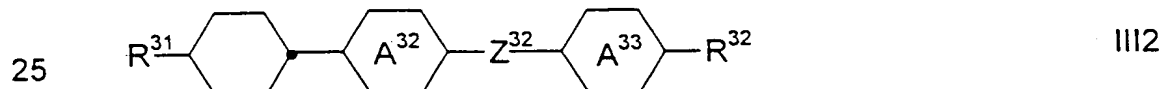
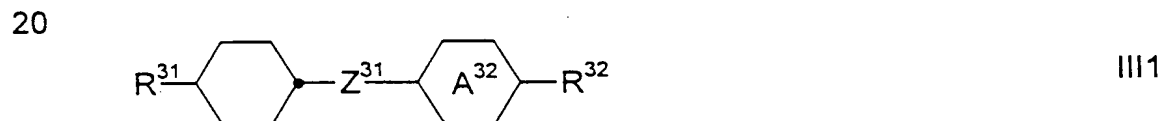


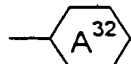
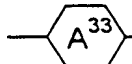
II1b



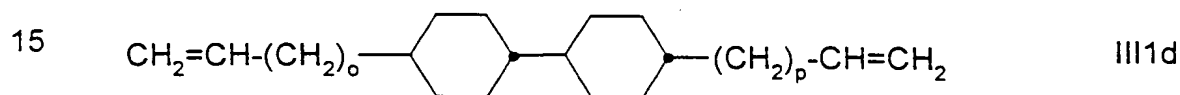
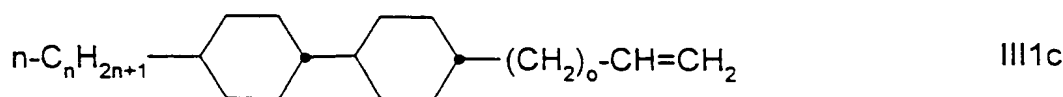
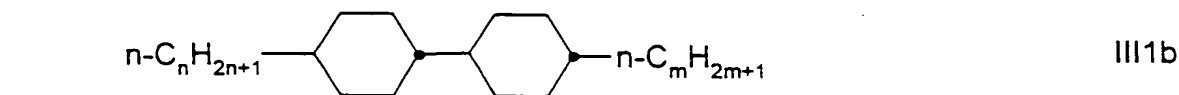
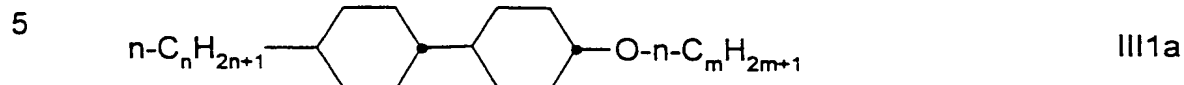
15
 worin  $R^{21}$  und  $R^{22}$  die oben bei Formel II gegebene und bevorzugt die oben bei Formel II1 gegebene Bedeutung besitzen.

Besonders bevorzugt enthält das Flüssigkristallmedium eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln III1 bis III3:

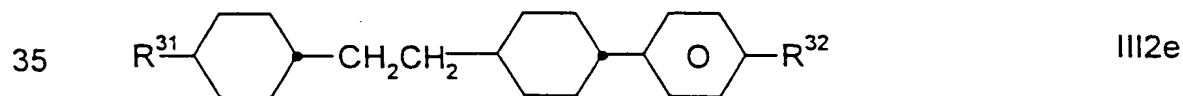
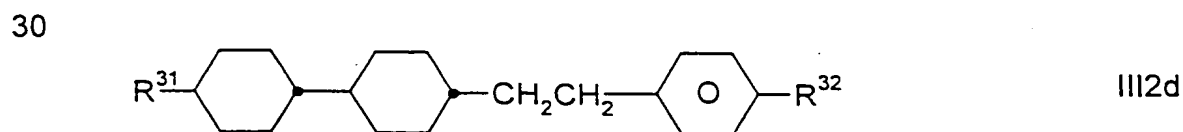
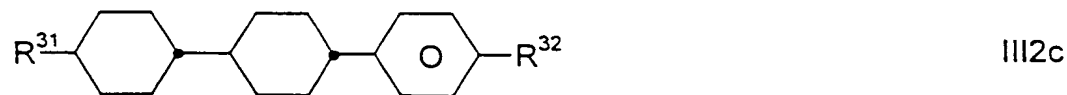
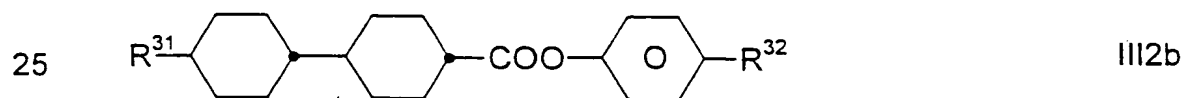
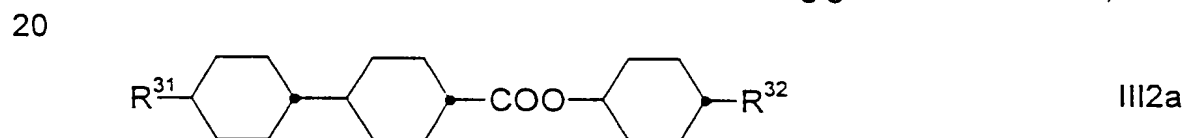


35
 worin  $R^{31}$ ,  $R^{32}$ ,  $Z^{31}$ ,  $Z^{32}$ ,  und  jeweils die oben bei Formel III angegebene Bedeutung besitzen.

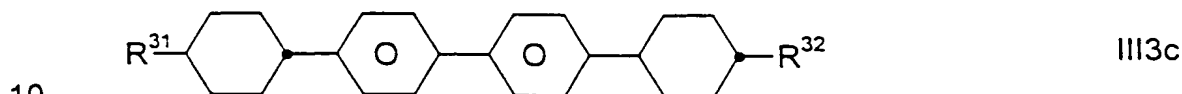
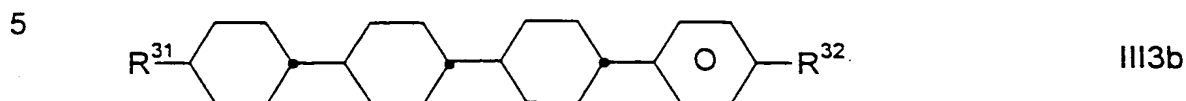
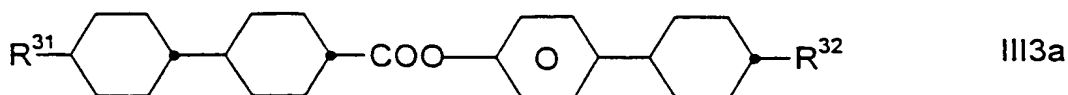
Insbesondere bevorzugt enthält das Flüssigkristallmedium eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln III1a bis III1d, III2a bis III2e, III3a bis III3c und III4a:



worin n und m jeweils unabhängig voneinander 1 bis 5 und o und p jeweils sowohl davon als auch voneinander unabhängig 0 bis 3 bedeuten,







15 worin  $R^{31}$  und  $R^{32}$  jeweils die oben unter Formel III1 angegebene Bedeutung besitzen und die Phenylringe optional fluoriert sein können, jedoch nicht so, daß die Verbindungen mit denen der Formel II und ihren
 20 Unterformeln identisch sind. Bevorzugt ist  $R^{31}$  n-Alkyl mit 1 bis 5 C-Atomen, insbesondere bevorzugt mit 1 bis 3 C-Atomen und  $R^{32}$  n-Alkyl oder n-Alkoxy mit 1 bis 5 C-Atomen oder Alkenyl mit 2 bis 5 C-Atomen. Hiervon sind insbesondere Verbindungen der Formeln III1a bis III1d
 bevorzugt.

25 In einer bevorzugten Ausführungsform enthalten die erfindungsgemäßen Flüssigkristallmedien insgesamt bezogen auf die Gesamtmischung 40 % bis 90 % an Verbindungen der Formel I, 5 % bis 40 % an Verbindungen der Formel II und 0 % bis 40 % an Verbindungen der Formel III.

30 Hier bedeutet der Begriff Verbindungen sowohl eine als auch mehrere Verbindungen. Hierbei werden die einzelnen Verbindungen in Konzentrationen von 1 % bis 30 % bevorzugt von 2 % bis 30 % und besonders bevorzugt von 4 % bis 16 % angesetzt.

35 In einer bevorzugten Ausführungsform enthalten die Flüssigkristallmedien insbesondere bevorzugt insgesamt

50 % bis 70 % an Verbindungen der Formel I,  
5 % bis 30 % an Verbindungen der Formel II und  
10 % bis 40 % an Verbindungen der Formel III.

5 Ganz besonders bevorzugt enthalten die Flüssigkristallmedien in dieser Ausführungsform insgesamt

52 % bis 65 % an Verbindungen der Formel I,  
10 % bis 25 % an Verbindungen der Formel II und  
10 15 % bis 35 % an Verbindungen der Formel III.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform die mit den oben beschriebenen bevorzugten Ausführungsformen für die bevorzugten Konzentrationsbereiche identisch sein kann und bevorzugt identisch ist,  
15 enthalten die Flüssigkristallmedien

- eine oder mehrere Verbindungen der Formel I1a und/oder
  - eine oder mehrere Verbindungen der Formel I1b und
- 20 • eine oder mehrere Verbindungen der Formel II1a und/oder
  - eine oder mehrere Verbindungen der Formel II1c und
- eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln III1a bis III1c und/oder
  - 25 - eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln III2 bis III3 und
- eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln I1c bis I1e, bevorzugt Ic und/oder
  - 30 - eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln I4a bis I4e, bevorzugt der Gruppe der Formeln I4b und I4e, besonders bevorzugt sowohl der Formel I4b als auch I4e, und
- 35 - eine oder mehrere Verbindungen der Formel II, bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln II1a und II1c.

Hierbei sind besonders bevorzugt Flüssigkristallmedien welche

- 5                   - eine oder mehrere Verbindungen der Formel I1a, insbesondere jeweils pro Verbindung in Konzentrationen von 6 % bis 14 %,
- eine oder mehrere Verbindungen der Formel I1b, insbesondere jeweils pro Verbindung in Konzentrationen von 4 % bis 18 %,
- 10               - eine oder mehrere Verbindungen der Formel II1a, insbesondere jeweils pro Verbindung in Konzentrationen von 3 % bis 10 %,
- eine oder mehrere Verbindungen der Formel II1c, insbesondere jeweils pro Verbindung in Konzentrationen von 3 % bis 12 %, bevorzugt jeweils mindestens eine Verbindung bei der R<sup>21</sup> Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen und R<sup>22</sup> Alkoxy mit 1 bis 3 C-Atomen sowie bei der R<sup>23</sup> Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen und R<sup>32</sup> Alkyl mit 1 bis 3 C-Atomen ist,
- 15               - eine oder mehrere Verbindungen der Formeln III1a und/oder III1c, insbesondere in Konzentrationen von 4 % bis 15 %, pro Verbindung bevorzugt jeweils mindestens je eine Verbindung der Formeln III1a und III1c und
- 20               - eine oder mehrere Verbindungen der Formel III2a enthalten.
- 25               Die erfindungsgemäßen Flüssigkristallmedien weisen bevorzugt nematische Phasen von jeweils mindestens von -20 °C bis 80 °C, bevorzugt von -30 °C bis 80 °C und ganz besonders bevorzugt von -40 °C bis 85 °C auf ( ≥ 90 °C). Hierbei bedeutet der Begriff eine nematische Phase aufweisen einerseits, daß bei tiefen Temperaturen bei der entsprechenden Temperatur keine smektische Phase und keine Kristallisation beobachtet wird
- 30               und andererseits, daß beim Aufheizen aus der nematischen Phase noch keine Klärung auftritt. Die Untersuchung bei tiefen Temperaturen wird in einem Fließviskosimeter bei der entsprechenden Temperatur durchgeführt sowie durch Lagerung in Testzellen, einer der elektrooptischen
- 35               Anwendung entsprechenden Schichtdicke, für mindestens 100 Stunden

überprüft. Bei hohen Temperaturen wird der Klärpunkt nach üblichen Methoden in Kapillaren gemessen.

5 Ferner sind die erfindungsgemäßen Flüssigkristallmedien durch niedrige optische Anisotropien gekennzeichnet. Die Doppelbrechungswerte sind kleiner oder gleich 0,10, bevorzugt kleiner oder gleich 0,08 und ganz besonders bevorzugt kleiner oder gleich 0,07.

10 Außerdem weisen die erfindungsgemäßen Flüssigkristallmedien kleine Werte für die Schwellenspannung von kleiner oder gleich 2,0 V, bevorzugt kleiner oder gleich 1,9 V, besonders bevorzugt kleiner oder gleich 1,7 V und ganz besonders bevorzugt kleiner oder gleich 1,5 V auf.

15 Diese bevorzugten Werte für die einzelnen physikalischen Eigenschaften werden auch jeweils miteinander kombiniert eingehalten. So weisen erfindungsgemäße Medien insbesondere die folgenden Eigenschaftskombinationen auf:

	Phase	$\Delta n$	Schwellenspannung/V
20 erfindungsgemäß	$\leq -20$ bis $\geq 80$	$\leq 0,01$	$\leq 1,9$
bevorzugt	$\leq -30$ bis $\geq 90$	$\leq 0,08$	$\leq 1,7$
besonders bevorzugt	$\leq -40$ bis $\geq 80$	$\leq 0,07$	$\leq 1,5$

25 wobei hier, wie in der gesamten Anmeldung, " $\leq$ " kleiner oder gleich sowie " $\geq$ " größer oder gleich bedeuten.

30 Für Anzeigen mit Flüssigkristallen mit negativem  $\Delta\epsilon$  insbesondere für ECB- und besonders bevorzugt für VAN-Anzeigen enthalten die Flüssigkristallmedien bevorzugt insgesamt 0,5 % bis 38 % an Verbindungen der Formel I, 20 % bis 95 % an Verbindungen der Formel II und 5 % bis 50 % an Verbindungen der Formel III.

35

Besonders bevorzugt enthalten diese Flüssigkristallmedien

- 5      1 % bis 15 % an Verbindungen der Formel I,  
50 % bis 85 % an Verbindungen der Formel II und  
10 % bis 40 % an Verbindungen der Formel III.

Ganz besonders bevorzugt enthalten diese Flüssigkristallmedien

- 10      1 % bis 10 % an Verbindungen der Formel I,  
60 % bis 80 % an Verbindungen der Formel II und  
20 % bis 35 % an Verbindungen der Formel III.

- 15      Unabhängig von den oben angegebenen Bemessungsgrenzen für die  
Verbindungen der Formel II und III werden in diesen Flüssigkristallmedien  
Verbindungen der Formel I in Konzentration bis zu 7 %. bevorzugt bis zu  
5 % eingesetzt.

- 20      In einer bevorzugten Ausführungsform enthalten diese Flüssigkristall-  
medien

- eine oder mehrere Verbindungen der Formel I1 c und
- eine oder mehrere Verbindungen der Formel II1a und/oder,  
bevorzugt
- 25      - eine oder mehrere Verbindungen der Formel II1c und
- eine oder mehrere Verbindungen der Formeln III1c und/oder III1d  
und/oder
- eine oder mehrere Verbindungen der Formel III1b und/oder
- 30      - eine oder mehrere Verbindungen der Formel III4a.

- 35      Besonders bevorzugt gelten die oben genannten bevorzugten  
Konzentrationsbereiche auch für diese bevorzugte Kombination von  
Verbindungen.

Diese erfindungsgemäßen Flüssigkristallmedien mit negativem  $\Delta\epsilon$  weisen nematische Phasen von  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  bis  $+70\text{ }^{\circ}\text{C}$ , bevorzugt von  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$  bis  $+70\text{ }^{\circ}\text{C}$  und besonders bevorzugt von  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$  bis  $+80\text{ }^{\circ}\text{C}$  auf.

- 5 Besonders bevorzugt sind Medien mit den folgenden Eigenschaftskombination

	Phase	$\Delta n$	Freedericksz-Schwelle/V
10 erfindungsgemäß	$\leq -20$ bis $\geq 70$	$\leq 0,09$	$\leq 2,0$
bevorzugt	$\leq -30$ bis $\geq 70$	$\leq 0,08$	$\leq 1,9$
besonders bevorzugt	$\leq -40$ bis $\geq 80$	$\leq 0,075$	$\leq 1,9$

15 In der vorliegenden Anmeldung bedeuten die Begriffe dielektrisch positive Verbindungen solche Verbindungen mit einem  $\Delta\epsilon > 1,5$ , dielektrisch neutrale Verbindungen solche mit  $-1,5 \leq \Delta\epsilon \leq 1,5$  und dielektrisch negative Verbindungen solche mit  $\Delta\epsilon < -1,5$ . Hierbei wird die dielektrische Anisotropie der Verbindungen bestimmt indem 10 % der Verbindungen in einem flüssigkristallinen Host gelöst werden und von dieser Mischung die Kapazität in mindestens jeweils einer Testzelle mit  $10\text{ }\mu\text{m}$  Dichte mit homeotroper und mit homogener Oberflächenorientierung bei  $1\text{ kHz}$  bestimmt wird. Die Meßspannung beträgt typischerweise  $0,5\text{ V}$  bis  $1,0\text{ V}$ , jedoch stets weniger als die kapazitive Schwelle der jeweiligen Flüssigkristallmischung.

25 Als Hostmischung wird für dielektrisch positive Verbindungen ZLI-4792 und für dielektrisch neutrale sowie dielektrisch negative Verbindungen ZLI-3086, beide von Merck KGaA, Deutschland, verwendet. Aus der Änderung der Dielektrizitätskonstanten der Hostmischung nach Zugabe der zu untersuchenden Verbindung und Extrapolation auf 100 % der eingesetzten Verbindung werden die Werte für die jeweiligen zu untersuchenden Verbindungen erhalten.

35 Der Begriff Schwellenspannung bezieht sich in der vorliegenden Anmeldung auf die optische Schwelle für 10 % relativen Kontrast ( $V_{10}$ ) sofern nicht explizit anders angegeben.

In Bezug auf die Flüssigkristallmischungen mit negativer dielektrischer Anisotropie wird der Begriff Schwellenspannung jedoch für die kapazitive Schwellenspannung ( $V_0$ ) auch Freedericksz-Schwelle verwendet, sofern nicht explizit anders angegeben.

5

Alle Konzentrationen in dieser Anmeldung, soweit nicht explizit anders vermerkt, sind in Massenprozent angegeben und beziehen sich auf die entsprechende Gesamtmischung. Alle physikalischen Eigenschaften werden und wurden nach "Merck Liquid Crystals, Physical Properties of Liquid Crystals", Status Nov. 1997, Merck KGaA, Deutschland bestimmt und gelten für eine Temperatur von 20 °C, sofern nicht explizit anders angegeben.  $\Delta n$  wird bei 589 nm und  $\Delta \epsilon$  bei 1 kHz bestimmt. Die Schwellenspannungen sowie die anderen elektrooptischen Eigenschaften wurden in bei Merck KGaA, Deutschland, hergestellten Testzellen unter Verwendung von weißem Licht mit einem kommerziellen Meßgerät der Fa. Otsuka, Japan, bestimmt. Hierzu wurden Zellen je nach  $\Delta n$  der Flüssigkristalle mit einer Dicke entsprechend dem 1. Transmissionsminimum nach Gooch und Tarry verwendet. Die optische Verzögerung  $d \cdot \Delta n$  der Zellen betrug somit ca. 0,50  $\mu\text{m}$ . Die Zellen wurden im sogenannten normal hellen Modus (Englisch "normally white mode") mit zu den jeweiligen benachbarten Reihenrichtungen senkrechter Durchlaßrichtung der Polarisatoren betrieben. Die charakteristischen Spannungen wurden alle bei senkrechter Beobachtung bestimmt: Die Schwellenspannung wurde  $V_{10}$  für 10 % relativen Kontrast angegeben, die Mittgrauspannung  $V_{50}$  für 50 % relativen Kontrast und die Sättigungsspannung  $V_{90}$  für 90 % relativen Kontrast.

25

Bei den Flüssigkristallmedien mit negativer dielektrischer Anisotropie wurde die Schwellenspannung als kapazitive Schwellung  $V_0$  (auch Freedericksz-Schwelle genannt) in Zellen mit durch Lecithin homöotrop orientierten Flüssigkeiten bestimmt.

30

Die DC-offset Spannung ( $\Delta V$ ) wird wie folgt bestimmt. Das Test-pixel wird mit einem TFT angesteuert und die Spannungsverschiebung gemessen. Es gilt

35

$$\Delta V = V_{\text{gat}} \cdot C_{\text{gs}} / (C_{\text{gs}} + C_{\text{st}} + C_{\text{LC}}) ,$$

wobei

- 5       $C_{\text{gs}}$       parasitäre Kapazität zwischen Basis (gate) und Emitter (source),  
      $C_{\text{st}}$       Kapazität des Speicherkondensators,  
      $C_{\text{LC}}$       Kapazität der LC-Schicht des Pixels und  
      $V_{\text{gate}}$       Basisspannung (gate voltage)  
     bedeuten.

- 10      Die erfindungsgemäßen Flüssigkristallmedien können bei Bedarf auch  
     weitere Zusatzstoffe und chirale Dotierstoffe in den üblichen Mengen ent-  
     halten. Die eingesetzte Menge dieser Zusatzstoffe beträgt insgesamt 0 %  
     bis 10 % bezogen auf die Menge der gesamten Mischung bevorzugt 0,1 %  
15      bis 6 %. Die Konzentrationen der einzelnen eingesetzten Verbindungen  
     beträgt bevorzugt 0,1 bis 3 %. Die Konzentration dieser und ähnlicher  
     Zusatzstoffe werden bei der Angabe der Konzentrationen sowie der Konzen-  
     trationsbereiche der Flüssigkristallverbindungen in den Flüssigkristall-  
     medien nicht berücksichtigt.

- 20      Die Zusammensetzungen bestehen aus mehreren Verbindungen, bevor-  
     zugt aus 3 bis 30, besonders bevorzugt aus 6 bis 20 und ganz besonders  
     bevorzugt aus 10 bis 16 Verbindungen, die auf herkömmliche Weise  
     gemischt werden. In der Regel wird die gewünschte Menge der in geringe-  
     rer Menge verwendeten Komponenten in den den Hauptbestandteil aus-  
25      machenden Komponenten gelöst, zweckmäßigerweise bei erhöhter Tem-  
     peratur. Liegt die gewählte Temperatur über dem Klärpunkt des Haupt-  
     bestandteils, so ist die Vervollständigung des Lösungsvorgangs besonders  
     leicht zu beobachten. Es ist jedoch auch möglich, die Flüssigkristall-  
     mischungen auf anderen üblichen Wegen, z.B. unter Verwendung von  
30      Vormischungen oder aus einem sogenannten "Multi Bottle Systemen"  
     herzustellen.

- 35      Mittels geeigneter Zusatzstoffe können die erfindungsgemäßen Flüssig-  
     kristallphasen derart modifiziert werden, daß sie in jeder bisher bekannt  
     gewordenen Art von TN-AMD einsetzbar sind.



Die nachstehenden Beispiele dienen zur Veranschaulichung der Erfindung, ohne sie zu beschränken. In den Beispielen sind der Schmelzpunkt T (C,N), der Übergang von der smektischen (S) zur nematischen (N) Phase T(S,N) und Klärpunkt T (N,I) einer Flüssigkristallsubstanz in Grad Celsius angegeben. Die Prozentangaben bedeuten Gewichtsprozent.

Soweit nicht anders gekennzeichnet, sind vor- und nachstehend alle Prozentzahlen Gewichtsprocente und die physikalischen Eigenschaften sind die Werte bei 20 °C, sofern nicht explizit anders angegeben.

Alle angegebenen Werte für Temperaturen in dieser Anmeldung sind °C und alle Temperaturdifferenzen entsprechend Differenzgrad, sofern nicht explizit anders angegeben.

In der vorliegenden Anmeldung und in den folgenden Beispielen sind die Strukturen der Flüssigkristallverbindungen durch Acronyme angegeben, wobei die Transformation in chemische Formeln gemäß folgender Tabellen A und B erfolgt. Alle Reste  $C_nH_{2n+1}$  und  $C_mH_{2m+1}$  sind geradkettige Alkylreste mit n bzw. m C-Atomen. Die Codierung gemäß Tabelle B versteht sich von selbst. In Tabelle A ist nur das Acronym für den Grundkörper angegeben. Im Einzelfall folgt getrennt vom Acronym für den Grundkörper mit einem Strich ein Code für die Substituenten R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, L<sup>1</sup> und L<sup>2</sup>:

Code für R <sup>1</sup> , R <sup>2</sup> , L <sup>1</sup> , L <sup>2</sup>	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	L <sup>1</sup>	L <sup>2</sup>
nm	$C_nH_{2n+1}$	$C_mH_{2m+1}$	H	H
nOm	$C_nH_{2n+1}$	$OC_mH_{2m+1}$	H	H
nO.m	$OC_nH_{2n+1}$	$C_mH_{2m+1}$	H	H
n	$C_nH_{2n+1}$	CN	H	H
nN.F	$C_nH_{2n+1}$	CN	H	F
nF	$C_nH_{2n+1}$	F	H	H
nOF	$OC_nH_{2n+1}$	F	H	H
nCl	$C_nH_{2n+1}$	Cl	H	H

	nF.F	$C_nH_{2n+1}$	F	H	F
	nmF	$C_nH_{2n+1}$	$C_mH_{2m+1}$	F	H
	nCF <sub>3</sub>	$C_nH_{2n+1}$	CF <sub>3</sub>	H	H
5	nOCF <sub>3</sub>	$C_nH_{2n+1}$	OCF <sub>3</sub>	H	H
	nOCF <sub>2</sub>	$C_nH_{2n+1}$	OCHF <sub>2</sub>	H	H
	nS	$C_nH_{2n+1}$	NCS	H	H
	rVsN	$C_rH_{2r+1}-CH=CH-C_sH_{2s}-$	CN	H	H
	rEsN	$C_rH_{2r+1}-O-C_sH_{2s}-$	CN	H	H
10	nAm	$C_nH_{2n+1}$	COOC <sub>m</sub> H <sub>2m+1</sub>	H	H
	nF.Cl	$C_nH_{2n+1}$	Cl	H	F

15

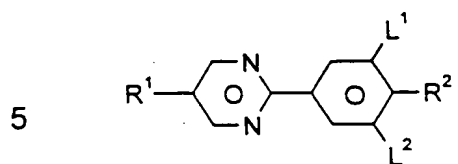
20

25

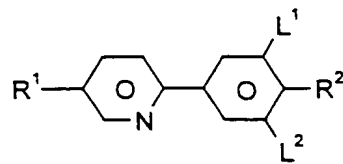
30

35

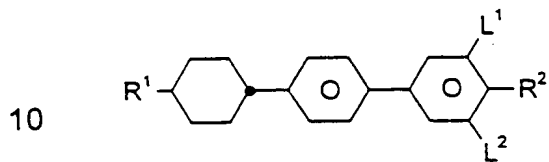
**Tabelle A:**



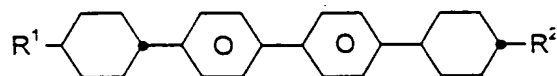
**PYP**



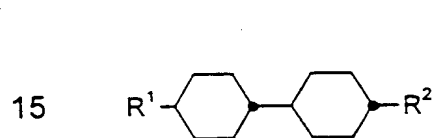
**PYRP**



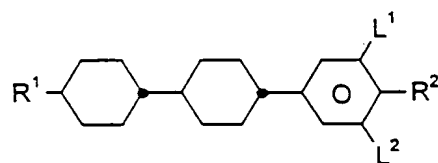
**BCH**



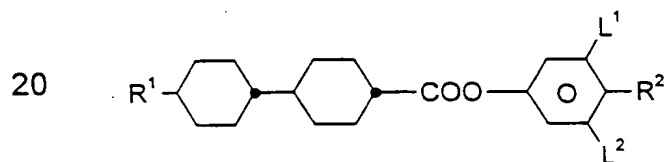
**CBC**



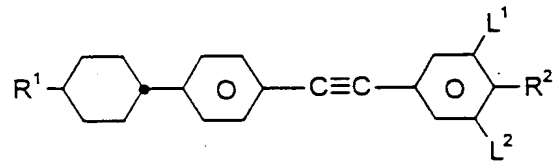
**CCH**



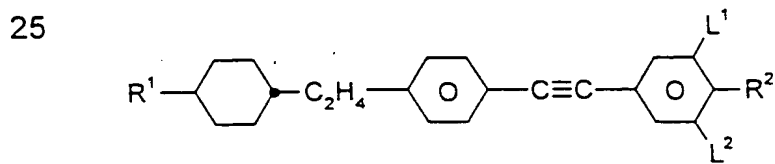
**CCP**



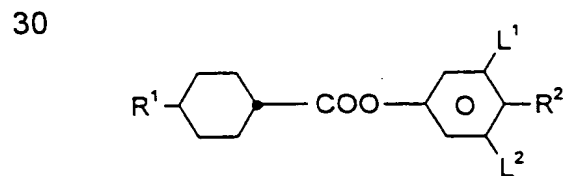
**CP**



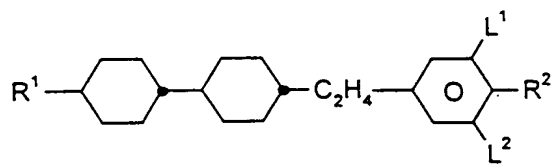
**CPTP**



**CEPTP**



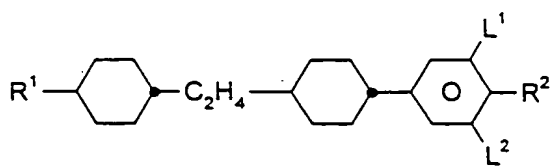
**D**



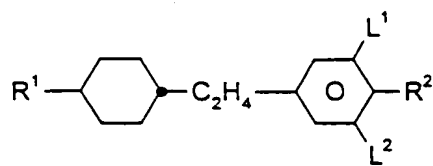
**ECCP**

35

5

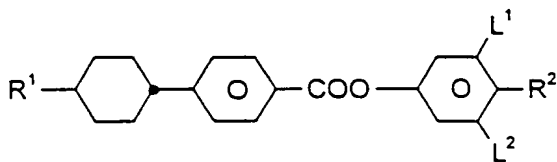


**CECP**

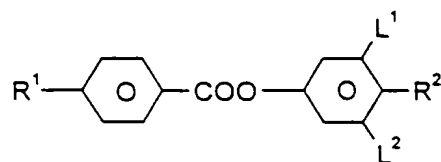


**EPCH**

10

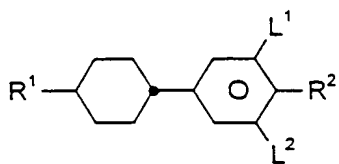


**HP**

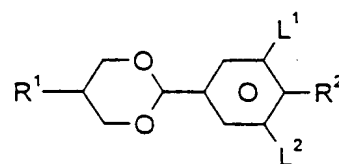


**ME**

15

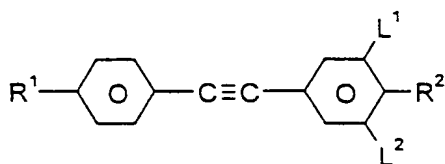


**PCH**

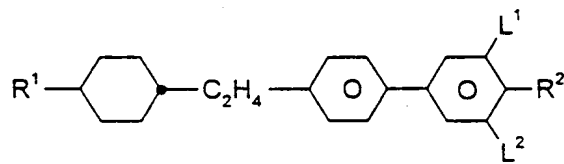


**PDX**

20

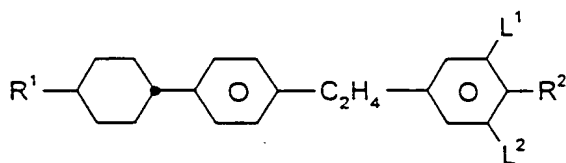


**PTP**

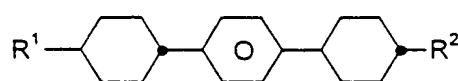


**BECH**

25

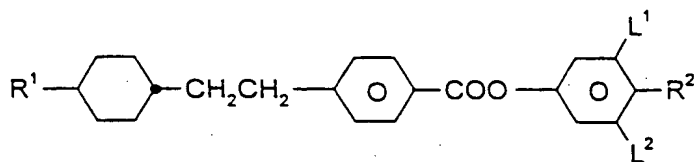


**EBCH**



**CPC**

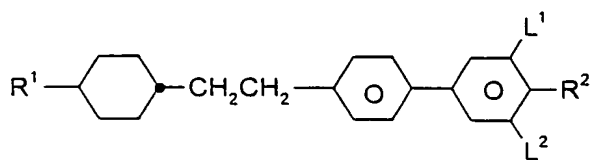
30



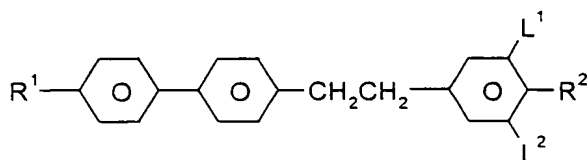
**EHP**

35

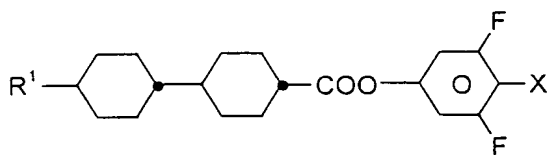
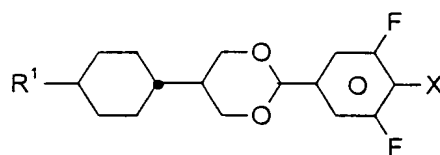
5

**BEP**

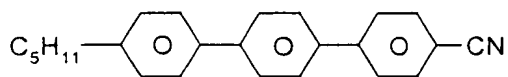
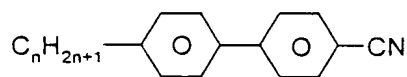
10

**ET****Tabelle B:**

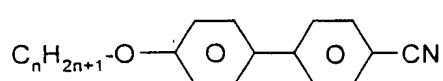
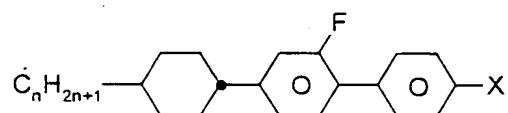
15

**CCZU-n-X****CDU-n-X**

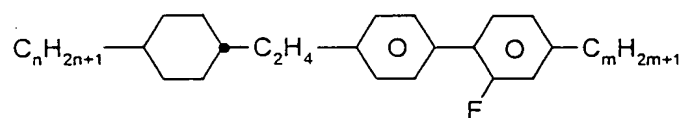
20

**T15****K3n**

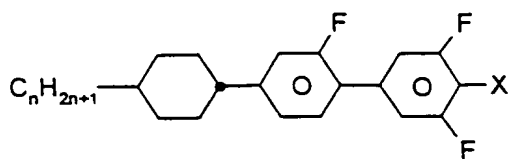
25

**M3n****BCH-n.FX**

30

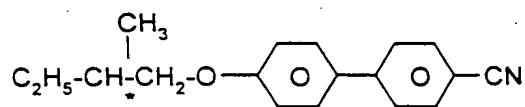
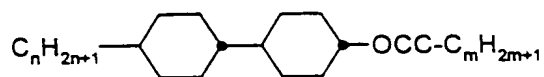
**Inm**

35



5

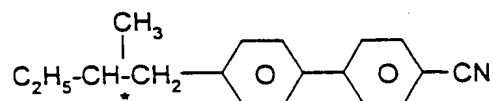
**CGU-n-X**



**C-nm**

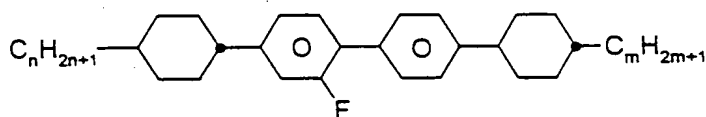
**C15**

10



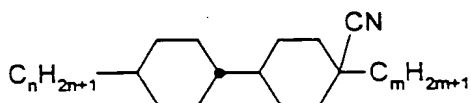
**CB15**

15

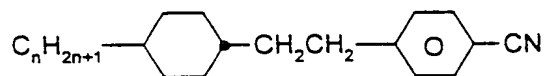


**CBC-nmF**

20

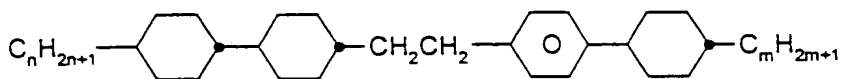


**CCN-nm**

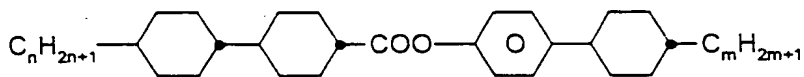


**G3n**

25

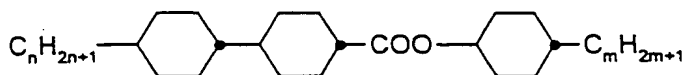


**CCEPC-nm**



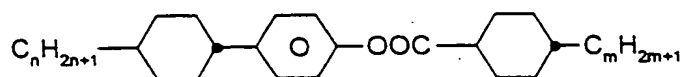
**CCPC-nm**

30



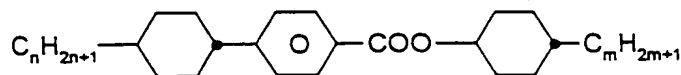
**CH-nm**

35



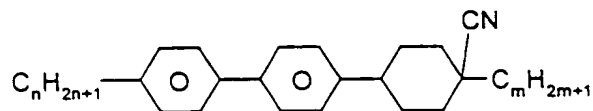
HD-nm

5



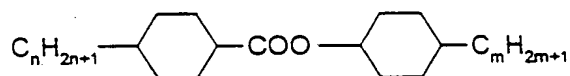
HH-nm

10



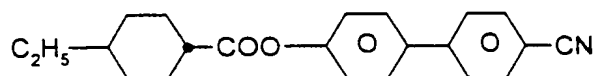
NCB-nm

15

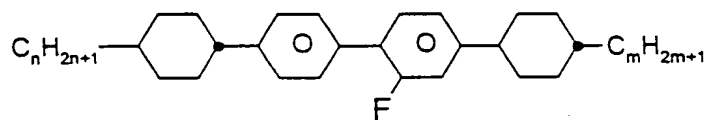


OS-nm

20

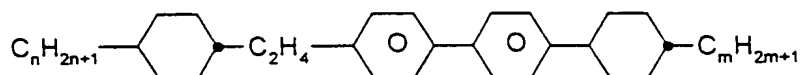


CHE



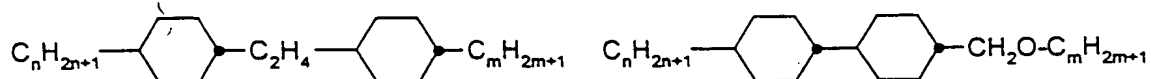
CBC-nmF

25



ECBC-nm

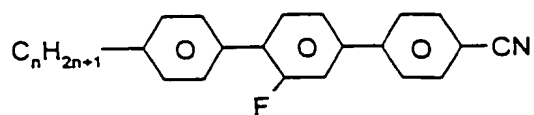
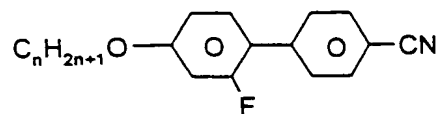
30



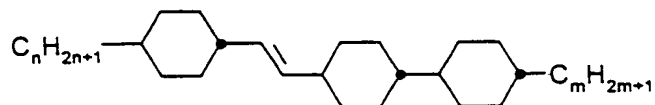
ECCH-nm

CCH-n1EM

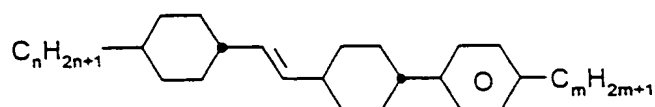
35

**T-nFN****B-nO.FN**

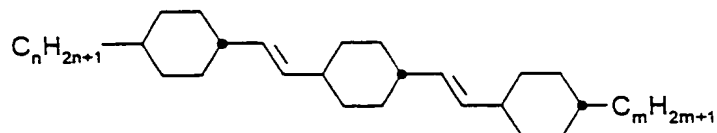
5

**CVCC-n-m**

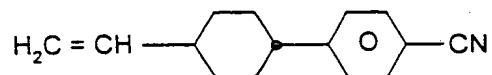
10

**CVCP-n-m**

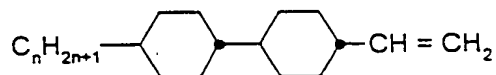
15

**CVCVC-n-m**

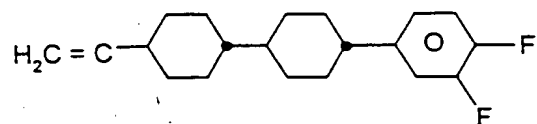
20

**CP-V-N**

25

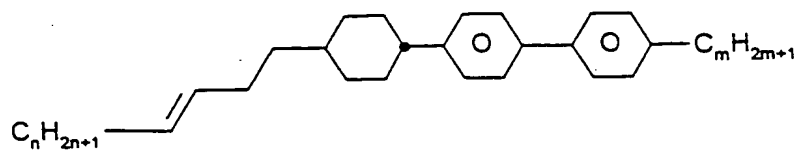
**CC-n-V**

30

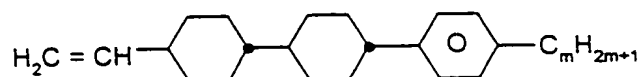
**CCG-V-F**

35

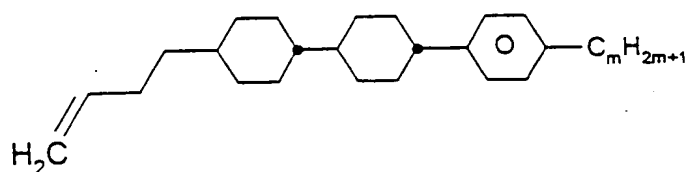




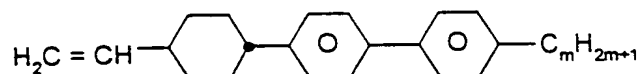
5

**CPP-nV2-m****CCP-V-m**

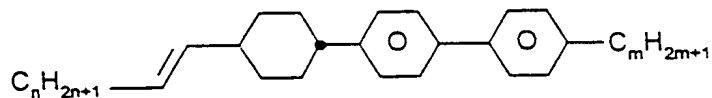
10



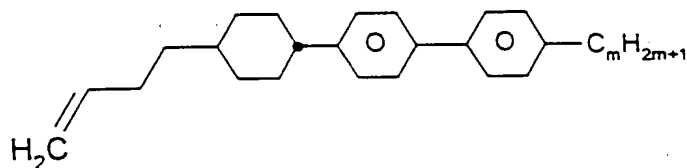
15

**CCP-V2-m****CPP-V-m**

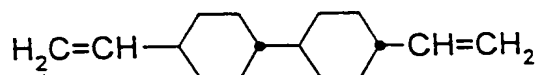
20

**CPP-nV-m**

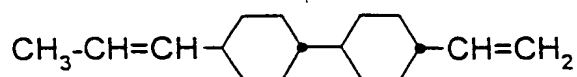
25



30

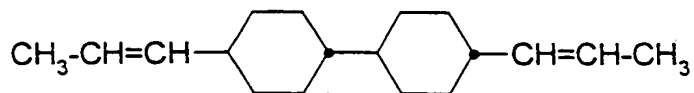
**CPP-V2-m****CC-V-V**

35



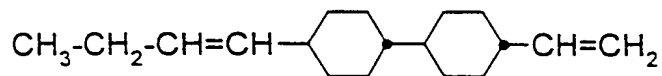
**CC-1V-V**

5



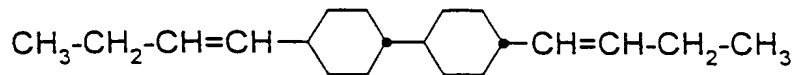
**CC-1V-V1**

10



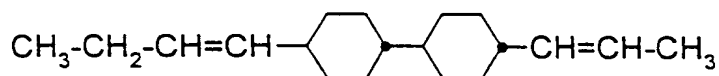
**CC-2V-V**

15

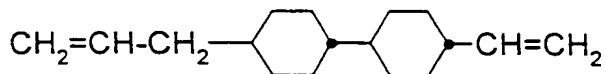


**CC-2V-V2**

20

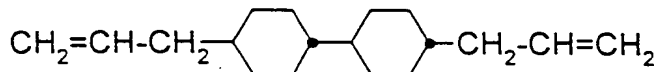


**CC-2V-V1**



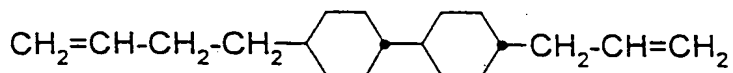
**CC-V1-V**

25

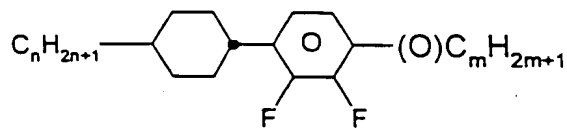


**CC-V1-1V**

30

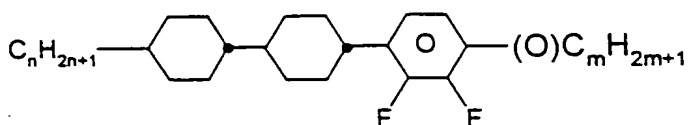


**CC-V2-1V**



35

**PCH-n(O)mFF**



# CCP-n(O)mFF

Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung erläutern, ohne sie zu be-  
grenzen. Vor- und nachstehend bedeuten Prozentangaben Gewichts-  
prozent. Alle Temperaturen sind in Grad Celsius angegeben.  $\Delta n$  bedeutet  
optische Anisotropie (589 nm, 20 °C),  $\Delta \epsilon$  die dielektrische Anisotropie  
(1 kHz, 20 °C), H.R. die Voltage Holding Ratio (bei 100 °C, nach 5 Minuten  
im Ofen, 1 V),  $V_{10}$ ,  $V_{50}$  und  $V_{90}$  die Schwellenspannung, Mittgrauspannung  
bzw. Sättigungsspannung wurden bei 20 °C bestimmt.

## Beispiel 1

Verbindung/ Abkürzung	Konzentration/ %	Eigenschaften
CCH-301	12,00	Klärpunkt = 86,5 °C
CC-5-V	6,00	Übergang (S,N) < -40 °C
CH-33	4,00	$V_{10}$ (20 °C) = 1,48 V
CH-35	4,00	$V_{50}$ (20 °C) = 1,76 V
CCZU-2-F	6,00	$V_{90}$ (20 °C) = 2,21 V
CCZU-3-F	16,00	$d_V/d_T$ (0-40 °C) = 1,19 mV/°
CCZU-5-F	6,00	$\Delta n$ (589 nm, 20 °C) = 0,0695
CDU-2-F	10,00	
CDU-3-F	12,00	
CDU-5-F	8,00	
PCH-502FF	5,00	
CCP-302FF	5,00	
CCP-31FF	6,00	
	100,00	

Das Flüssigkristallmedium wurde in eine TN-AMD-Anzeige mit TFT-Ansteuerung gefüllt. Diese Anzeige zeigte einen guten Kontrast mit geringer Blickwinkelabhängigkeit und war weitestgehend frei von Übersprechen zwischen benachbarten an- und ausgeschalteten Pixeln.

5

### Beispiel 2

	Verbindung/ Abkürzung	Konzentration/ %	Eigenschaften
10	CCP-2F.F.F	9,0	Klärpunkt = 91,0 °C
	CCP-3F.F.F	10,0	Übergang (S,N) < -40 °C
	CCP-3OCF3	8,0	$\Delta n$ (20 °C, 589 nm) = 0,1038
15	CCP-5OCF3	8,0	$\Delta \epsilon$ (20 °C, 1 kHz) = 5,5
	BCH-3F.F.F	12,0	$\epsilon_{  }$ (20 °C, 1 kHz) = 11,4
	BCH-5F.F.F	11,0	$\epsilon_{\perp}$ (20 °C, 1 kHz) = 5,9
	CGU-2-F	6,0	
20	PCH-302FF	8,0	
	PCH-502FF	8,0	
	CCP-302FF	9,0	
	CCP-502FF	8,0	
25	CBC-33F	3,0	
		100,0	

30

Wie in Beispiel 1 wurde das Flüssigkristallmedium in eine TN-AMD-Anzeige mit TFT-Ansteuerung gefüllt. Diese Anzeige zeigt einen guten Kontrast mit geringer Blickwinkelabhängigkeit und war weitestgehend frei von Übersprechen zwischen benachbarten an- und ausgeschalteten Pixeln.

35

### Vergleichsbeispiel 1

Zum Vergleich wurde das aus EP 0 406 468 bekannte Flüssigkristallmedium der folgenden Zusammensetzung hergestellt.

5

10

15

20

25

Verbindung/ Abkürzung	Konzentration/%	Eigenschaften
PCH-5F	12,0	Klärpunkt = 90,0 °C
PCH-6F	10,0	Übergang (S,N) < -20 °C
PCH-7F	10,0	$\Delta n$ (20 °C, 589 nm) = 0,0803
CCP-3OCF3	13,0	$\Delta \epsilon$ (20 °C, 1 kHz) = 4,3
CCP-5OCF3	12,0	$\epsilon_{  }$ (20 °C, 1 kHz) = 7,2
ECCP-3OCF3	11,0	$\epsilon_{\perp}$ (20 °C, 1 kHz) = 2,9
ECCP-5OCF3	9,0	
ECCP-3F.F	13,0	
CBC-33F	3,0	
CBC-53F	4,0	
CBC-55F	3,0	
	100,0	

Das Flüssigkristallmedium wurde wie in Beispiel 2 in eine TN-AMD-Anzeige gefüllt. Bei ähnlichen Eigenschaften in Bezug auf den Kontrast und seiner Blickwinkelabhängigkeit wurde bei dem Vergleichsversuch ein deutlich ausgeprägteres Übersprechen beobachtet.

30

Es wurden weiterhin Testzellen mit einer Schichtdicke von 20  $\mu\text{m}$  und Elektrodenflächen von 1  $\text{cm}^2$  mit geerdeter Schutzringelektrode auf ihre Kapazität untersucht. Dafür wurde die Spannung in 0,1 V Schritten von 0,1 V bis 1 V dann in 20 mV Schritten bis 2,0 V dann wieder in 0,1 V Schritten bis 5 V und anschließend in 1 V Schritten bis 20 V erhöht. Die Ergebnisse sind in Abbildung 1 dargestellt.

35

In Abbildung 1 ist die Kapazität von Testzellen gefüllt mit Flüssigkristallmischungen als Funktion der angelegten Spannung dargestellt. Die ausgefüllten Rauten ( $\blacklozenge$ ) zeigen die Ergebnisse der Mischung des Beispiels 2, die offenen Dreiecke ( $\triangle$ ) die des Vergleichsbeispiels 1. Bis zu einer Grenzspannung der dielektrischen oder Freedericksz Schwelle, bleibt die Kapazität der Testzellen konstant ( $c_{\text{off}}$ ). Dann steigt die Kapazität mit steigender Spannung bis zu einem Grenzwert ( $c_{\text{on}}$ ). Es ist offensichtlich, daß die Mischung des Beispiels 2 ein deutlich besseres, also kleineres Verhältnis  $c_{\text{on}}/c_{\text{off}}$  aufweist als die Mischung des Vergleichsbeispiels, nämlich ein  $c_{\text{on}}/c_{\text{off}}$  von 1,9 verglichen mit 2,3. Hier ist zu beachten, daß die Kapazitätsachse der Abbildung nicht bei 0 beginnt.

### Beispiel 3

Verbindung/ Abkürzung	Konzentration/%	Eigenschaften
PCH-304FF	12,00	Klärpunkt = 70,5 °C
PCH-502FF	12,00	Übergang (S,N) < -40 °C
PCH-504FF	12,00	$\Delta n$ (20 °C, 589 nm) = 0,0813
CCP-202FF	11,00	$n_o$ (20 °C, 589 nm) = 1,4761
CCP-302FF	11,00	$K_1$ (20 °C) = 13,0 pN
CCP-502FF	10,00	$K_3$ (20 °C) = 13,7 pN
CCP-2F.F.F	2,00	$V_o$ (20 °C) = $V_{Fr.}$ = 1,97 V
CC-5-V	3,00	$d$ = 4 $\mu\text{m}$
CCH-34	5,00	
CCH-35	5,00	
CCPC-34	4,00	
PCH-53	13,00	
$\Sigma$	100,00	

Das Flüssigkristallmedium wurde auf herkömmliche Weise hergestellt und untersucht. Anschließend wurde es in eine VAN-Anzeige gehüllt, die mit TFT-Ansteuerung beschrieben wurde. Diese Anzeige weist einen sehr guten Kontrast auf und zeigt nahezu gar keine Blickwinkelabhängigkeit. Darüber hinaus ist sie praktisch frei von Übersprechen zwischen benachbarten Pixeln. Außerdem tritt kein Flicker auf.

Die offset-Spannung wurde bestimmt wie oben beschrieben. Bei einer Basisspannung ( $V_{\text{gate}}$ ) von 5 V (mit  $c_{\text{gs}} = 0,05 \text{ pF}$  und ohne Speicherkondensator) ist  $\Delta V = 0,41 \text{ V}$ .

### Vergleichsbeispiel 2

Verbindung/ Abkürzung	Konzentration/%	Eigenschaften
PCH-302FF	16,00	Klärpunkt = $71,0 \text{ }^{\circ}\text{C}$
PCH-502FF	14,00	Übergang (S,N) < $-30 \text{ }^{\circ}\text{C}$
CCP-302FF	12,00	$\Delta n (20 \text{ }^{\circ}\text{C}, 589 \text{ nm}) = 0,0822$
CCP-502FF	11,00	$n_o (20 \text{ }^{\circ}\text{C}, 589 \text{ nm}) = 1,5587$
CCP-21FF	9,00	$K_1 (20 \text{ }^{\circ}\text{C}) = 13,6 \text{ pN}$
CCP-31FF	8,00	$K_3 (20 \text{ }^{\circ}\text{C}) = 14,7 \text{ pN}$
CCH-34	8,00	$V_o (20 \text{ }^{\circ}\text{C}) = V_{\text{Fr.}} = 2,08 \text{ V}$
CCH-35	9,00	$d = 4 \text{ } \mu\text{m}$
PCH-53	7,00	
PCH-301	6,00	
$\Sigma$	100,00	

Analog zu den Flüssigkristallmischungen des Beispiels 3 wurde die obige Flüssigkristallmischung hergestellt und untersucht. Diese Flüssigkristallmischung ist ebenso wie die des Beispiels 3 dielektrisch negativ. Sie enthält jedoch im Gegensatz zu dieser keine dielektrisch positiven Verbindungen.

Obwohl die Flüssigkristallmischung dieses Vergleichsbeispiels 2 generell ähnliche Eigenschaften aufweist wie die des Beispiels 3, ist sie diesem in fast allen anwendungstechnisch relevanten Eigenschaften, so etwa in Kontrast, der Blickwinkelabhängigkeit, insbesondere in der Betriebsspannung (Schwellenspannung) und am deutlichsten im Auftreten von Übersprechen und Flicker in VAN-Anzeigen, unterlegen.

Die offset-Spannung wurde bestimmt wie bei Beispiel 3 beschrieben. Bei einer Basisspannung ( $V_{\text{gate}}$ ) von 5 V (mit  $c_{\text{gs}} = 0,05 \text{ pF}$  und ohne

Speicherkondensator) ist  $\Delta V = 0,45 \text{ V}$ .

Beispiel 4

5	Verbindung/ Abkürzung	Konzentration/%	Eigenschaften
	CCP-302FF	12,00	Klärpunkt = 89,0 °C
	CCP-502FF	12,00	Übergang (S,N) < -30 °C
10	BCH-3F.F.F	14,00	$\Delta n$ (20 °C, 589 nm) = 0,1622
	BCH-5F.F.F	10,00	$n_o$ (20 °C, 589 nm) = 1,4902
	CGU-2-F	16,00	$\Delta \epsilon$ (20 °C, 1 kHz) = 11,3
	CGU-3-F	14,00	$\epsilon_{\perp}$ (20 °C, 1 kHz) = 6,3
	CGU-5-F	14,00	$d \cdot \Delta n = 0,55 \text{ } \mu\text{m}$
	CCGU-3-F	8,00	$\lambda = 550 \text{ nm}$
15	$\Sigma$	100,00	$\phi = 90^\circ$ $V_{10}$ (20 °C) = 1,270 $V_{90}$ (20 °C) = 2,04

Beispiel 5

20

25

30

35

Zusammensetzung	Konzentration/%	Eigenschaften
CCP-2F.F.F	9.0	Klärpunkt = + 91,0 °C
CCP-3F.F.F	10.0	$\Delta n = + 0,1038$
CCP-30CF3	8.0	$n_o$ (589,3 nm, 20 °C) = 1,4808
CCP-50CF3	8.0	$\Delta \epsilon$ (1kHz, 20 °C) = 5,5
BCH-3F.F.F	12.0	$\epsilon_{\perp}$ (1kHz, 20 °C) = 5,9
BCH-5F.F.F	11.0	$K_1$ (20 °C) = 12,1 pN
CGU-2-F	6.0	$K_3$ (20 °C) = 15,3 pN
PCH-302FF	8.0	$V_o$ (20 °C) = 1,57 V
PCH-502FF	8.0	
CCP-302FF	9.0	
CCP-502FF	8.0	
CBC-33F	3.0	
$\Sigma$	100,0	



Beispiel 6

5	Zusammensetzung	Konzentration/%	Eigenschaften
	PCH-502FF	6,0	Klärpunkt = +90,0 °C
	CCP-302FF	10,0	$\Delta n = +0,0919$
	CCP-502FF	10,0	$n_0 (589,3 \text{ nm}, 20 \text{ °C}) = 1,4794$
10	CCP-21FF	8,0	$\Delta \epsilon (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 4,2$
	CCP-20CF3	5,0	$\epsilon_{\perp} (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 5,4$
	CCP-30CF3	2,0	
	CCP-2F.F.F	8,5	
	CCP-3F.F.F	8,5	
15	CGU-2-F	12,0	
	CGU-3-F	10,0	
	CC-5-V	13,5	
	CCH-35	3,5	
	CBC-33F	3,0	
20	$\Sigma$	100,0	

25

30

35

Beispiel 7

	Zusammensetzung	Konzentration/%	Eigenschaften
5	PCH-502FF	6,0	Klärpunkt = +109,0 °C
	CCP-302FF	6,0	$\Delta n = +0,0957$
	CCP-502FF	12,0	$n_0 (589,3 \text{ nm}, 20 \text{ °C}) = 1,4767$
	CCP-21FF	10,0	$\Delta \epsilon (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 4,8$
	CCP-31FF	6,0	$\epsilon_{\perp} (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 5,5$
10	CCP-20CF3	4,0	
	CCP-30CF3	4,0	
	CCP-40CF3	6,0	
	CCP-50CF3	6,0	
	CCP-2F.F.F	8,0	
15	CCP-3F.F.F	8,0	
	CCP-5F.F.F	4,0	
	CGU-3-F	7,0	
	CGU-5-F	10,0	
	CCH-35	3,0	
20	$\Sigma$	100,0	

25

30

35

Beispiel 8

	Zusammensetzung	Konzentration/%	Eigenschaften
5	PCH-502FF	6,0	Klärpunkt = +90,0 °C
	CCP-302FF	12,0	$\Delta n = +0,0956$
	CCP-502FF	12,0	$n_0 (589,3 \text{ nm}, 20 \text{ °C}) = 1,4798$
	CCP-21FF	4,0	$\Delta \epsilon (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 3,2$
	CCP-20CF3	6,0	$\epsilon_{\perp} (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 5,5$
10	CCP-30CF3	6,0	$K_1 (20 \text{ °C}) = 13,4 \text{ pN}$
	CCP-40CF3	6,0	$K_2 (20 \text{ °C}) = 6,5 \text{ pN}$
	CCP-2F.F.F	6,0	$K_3 (20 \text{ °C}) = 16,8 \text{ pN}$
	CCP-3F.F.F	10,0	
	CGU-2-F	10,0	
15	CGU-3-F	2,0	
	BCH-32F	2,0	
	PCH-302	18,0	
	$\Sigma$	100,0	

20 Beispiel 9

	Zusammensetzung	Konzentration/%	Eigenschaften
25	PCH-502FF	6,0	Klärpunkt = +91,0 °C
	CCP-302FF	8,0	$\Delta n = +0,0955$
	CCP-502FF	12,0	$n_0 (589,3 \text{ nm}, 20 \text{ °C}) = 1,4791$
	CCP-21FF	6,0	$\Delta \epsilon (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 4,9$
	CCP-20CF3	4,0	$\epsilon_{\perp} (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 5,4$
30	CCP-30CF3	6,0	$K_1 (20 \text{ °C}) = 12,3 \text{ pN}$
	CCP-40CF3	6,0	$K_2 (20 \text{ °C}) = 6,4 \text{ pN}$
	CCP-2F.F.F	8,0	$K_3 (20 \text{ °C}) = 16,3 \text{ pN}$
	CCP-3F.F.F	8,0	
	CCP-5F.F.F	6,0	
35	CGU-3-F	8,0	
	CGU-5-F	10,0	
	PCH-302	12,0	
	$\Sigma$	100,0	

Beispiel 10

	Zusammensetzung	Konzentration/%	Eigenschaften
5	PCH-502FF	6,0	Klärpunkt = +91,0 °C
	CCP-302FF	10,0	$\Delta n = +0,0909$
	CCP-502FF	10,0	$n_0 (589,3 \text{ nm}, 20 \text{ °C}) = 1,4784$
	CCP-21FF	8,0	$\Delta \epsilon (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 3,7$
10	CCP-20CF3	4,0	$\epsilon_{\perp} (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 5,3$
	CCP-30CF3	6,0	
	CCP-40CF3	6,0	
	CCP-2F.F.F	8,0	
	CCP-3F.F.F	9,0	
15	CCP-5F.F.F	6,0	
	CGU-3-F	6,0	
	CGU-5-F	10,0	
	PCH-53	8,0	
	CC-5-V	3,0	
20	$\Sigma$	100,0	

25

30

35

Beispiel 11

	Zusammensetzung	Konzentration/%	Eigenschaften
5	PCH-502FF	8,0	Klärpunkt = +81,0 °C
	CCP-302FF	9,0	$\Delta n = +0,0907$
	CCP-502FF	9,0	$n_0 (589,3 \text{ nm}, 20 \text{ °C}) = 1,4790$
	CCP-21FF	7,0	$\Delta \varepsilon (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 4,3$
	CCP-20CF3	3,0	$\varepsilon_{\perp} (1\text{kHz}, 20 \text{ °C}) = 5,3$
10	CCP-30CF3	6,0	
	CCP-40CF3	5,0	
	CCP-2F.F.F	8,0	
	CCP-3F.F.F	9,0	
	CCP-5F.F.F	6,0	
15	CGU-3-F	6,0	
	CGU-5-F	9,0	
	PCH-53	9,0	
	PCH-302	6,0	
	$\Sigma$	100,0	

20

25

30

35

Beispiel 12

	Zusammensetzung	Konzentration/%	Eigenschaften
5	PCH-502FF	5,0	Klärpunkt = +81,3 °C $\Delta n = +0,0682$ $n_0$ (589,3 nm, 20 °C) = 1,4741 $\Delta \epsilon$ (1kHz, 20 °C) = 4,8 $\epsilon_{\perp}$ (1kHz, 20 °C) = 4,6
	CCP-302FF	6,0	
	CCP-502FF	6,0	
	CCH-301	8,0	
	CCH-501	4,0	
10	CC-5-V	14,0	
	PCH-7F	5,0	
	CCP-2F.F.F	8,0	
	CCP-3F.F.F	11,0	
	CCP-5F.F.F	5,0	
15	CCZU-2-F	5,0	
	CCZU-3-F	15,0	
	CCZU-5-F	5,0	
	CH-33	1,5	
	CH-43	1,5	
20	$\Sigma$	100,0	

25

30

35

### Beispiel 13

	Zusammensetzung	Konzentration/%	Eigenschaften
5	PCH-502FF	6,0	Klärpunkt = +90,0 °C
	CCP-302FF	12,0	$\Delta n = +0,0956$
	CCP-502FF	12,0	$n_0$ (589,3 nm, 20 °C) = 1,4798
	CCP-21FF	4,0	$\Delta \epsilon$ (1kHz, 20 °C) = 3,2
	CCP-20CF3	6,0	$\epsilon_{\perp}$ (1kHz, 20 °C) = 5,5
10	CCP-30CF3	6,0	$K_1$ (20 °C) = 13,4 pN
	CCP-40CF3	6,0	$K_2$ (20 °C) = 6,5 pN
	CCP-2F.F.F	6,0	$K_3$ (20 °C) = 16,8 pN
	CCP-3F.F.F	10,0	
	CGU-2-F	10,0	
15	CGU-3-F	2,0	
	BCH-32F	2,0	
	PCH-302	18,0	
	$\Sigma$	100,0	

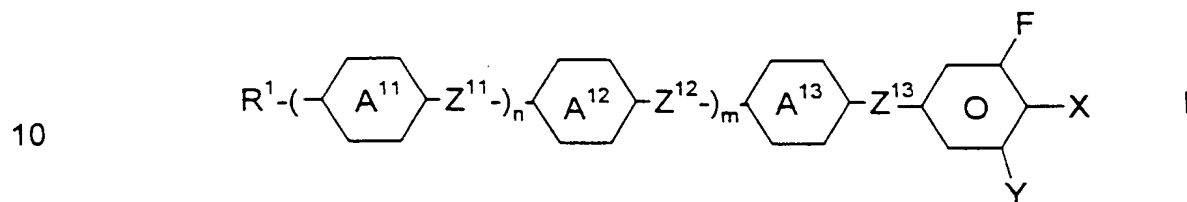
### Beispiel 14

	Zusammensetzung	Konzentration/%	Eigenschaften
20	PCH-502FF	6,0	Klärpunkt = +91,0 °C
	CCP-302FF	8,0	$\Delta n = +0,0955$
	CCP-502FF	12,0	$n_0$ (589,3 nm, 20 °C) = 1,4791
	CCP-21FF	6,0	$\Delta \epsilon$ (1kHz, 20 °C) = 4,9
	CCP-20CF3	4,0	$\epsilon_{\perp}$ (1kHz, 20 °C) = 5,5
25	CCP-30CF3	6,0	$K_1$ (20 °C) = 12,3 pN
	CCP-40CF3	6,0	$K_2$ (20 °C) = 6,4 pN
	CCP-2F.F.F	8,0	$K_3$ (20 °C) = 16,3 pN
	CCP-3F.F.F	8,0	
	CCP-5F.F.F	6,0	
30	CGU-3-F	8,0	
	CGU-5-F	10,0	
	PCH-302	12,0	
35	$\Sigma$	100,0	

# Patentansprüche

1. Nematisches Flüssigkristallmedium, dadurch gekennzeichnet, daß es

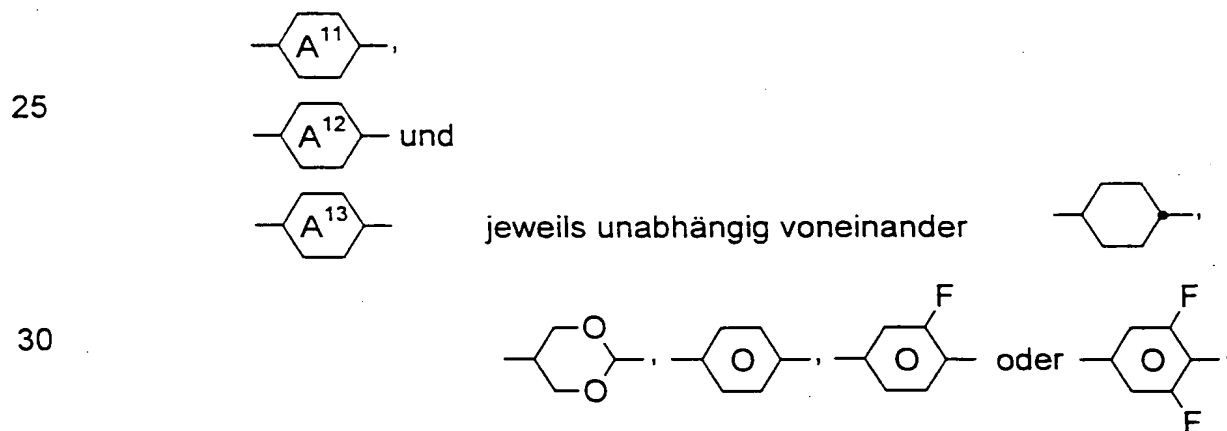
5 a) eine oder mehrere dielektrisch positive Verbindung(en) der Formel I



worin

15  $R^1$  Alkyl und Alkoxy mit 1 bis 7 C-Atomen, Alkoxyalkyl, Alkenyl oder Alkenyloxy mit 2 bis 7 C-Atomen,

20  $Z^{11}$ ,  $Z^{12}$  und  $Z^{13}$  jeweils unabhängig voneinander  $-\text{CH}_2\text{---CH}_2-$ ,  $-\text{CH=CH}-$ ,  $-\text{C}\equiv\text{C}-$ ,  $-\text{COO}-$  oder eine Einfachbindung,



35 X F,  $\text{OCF}_2\text{H}$  oder  $\text{OCF}_3$



wobei Y im Falle

X = F oder

OCF<sub>2</sub>H F und im Falle

5

X = OCF<sub>3</sub> H oder F

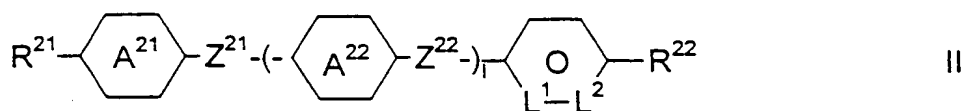
n und m jeweils unabhängig voneinander 0 oder 1

10

bedeuten;

b) eine oder mehrere dielektrisch negative Verbindung(en) der Formel II

15



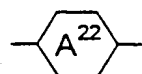
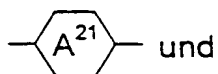
worin

20

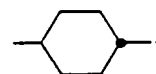
R<sup>21</sup> und R<sup>22</sup> jeweils unabhängig voneinander die bei Formel I für R<sup>1</sup> gegebene Bedeutung haben,

Z<sup>21</sup> und Z<sup>22</sup> jeweils unabhängig voneinander die oben bei Formel I für Z<sup>11</sup> gegebene Bedeutung haben,

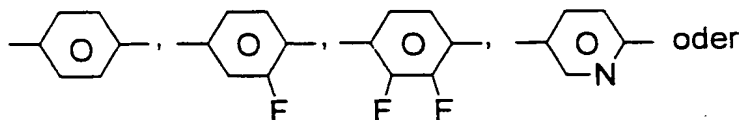
25



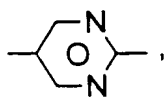
jeweils unabhängig voneinander



30



35



$L^1$  und  $L^2$  beide C-F oder eines von beiden N und das andere C-F und

I 0 oder 1

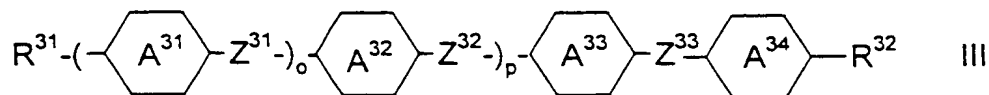
5

bedeuten;

und optional

10

c) eine oder mehrere dielektrisch neutrale Verbindung der Formel III



15

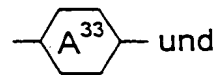
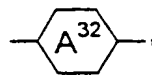
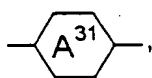
worin

$R^{31}$  und  $R^{32}$  jeweils unabhängig voneinander die oben bei Formel I für  $R^1$  gegebene Bedeutung besitzen und

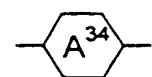
20

$Z^{31}$ ,  $Z^{32}$  und  $Z^{33}$  jeweils unabhängig voneinander  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ ,  $-\text{CH}_2\text{O}-$ ,  $-\text{OCH}_2-$ ,  $-\text{CF}_2\text{O}-$ ,  $-\text{OCF}_2-$ ,  $-\text{COO}-$  oder eine Einfachbindung und gegebenenfalls eine von  $Z^{31}$ ,  $Z^{32}$  und  $Z^{33}$   $-\text{CF}_2\text{CF}_2-$

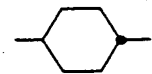
25



30

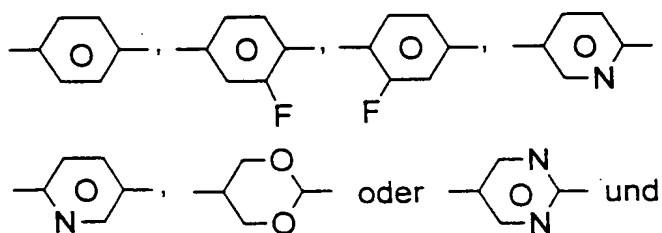


jeweils unabhängig voneinander



35

5



o und p unabhängig voneinander 0 oder 1

10

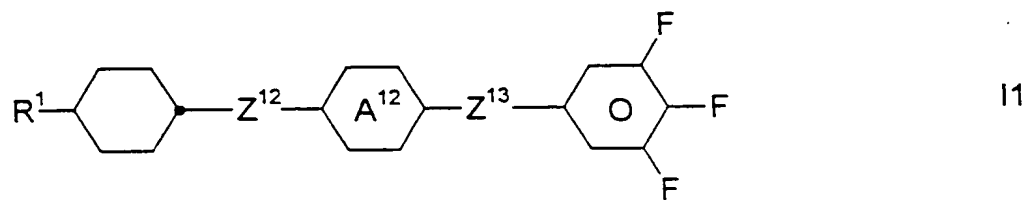
bedeuten

enthält.

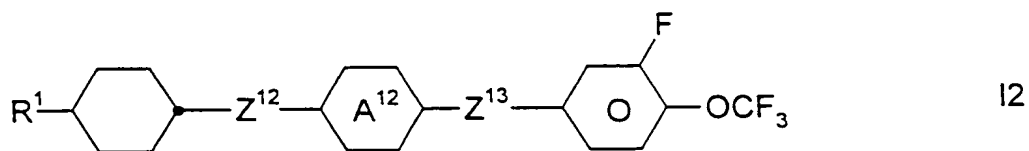
15

2. Flüssigkristallmedium, dadurch gekennzeichnet, daß es eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln I1 bis I4:

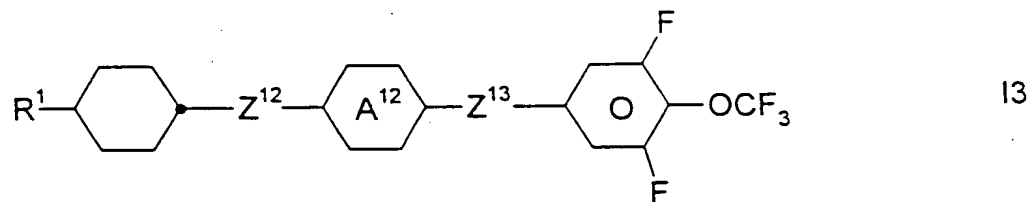
20



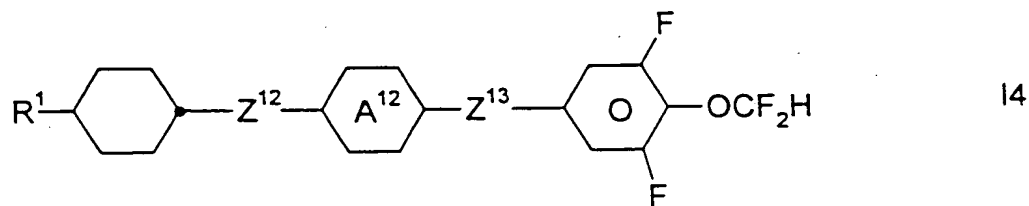
25

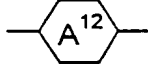


30



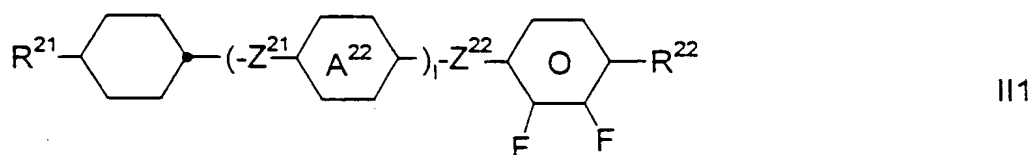
35

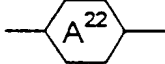


worin  $R^1$ ,  $Z^{12}$ ,  $Z^{13}$  und  jeweils die in Anspruch 1 bei Formel I gegebene Bedeutung haben,

enthält.

3. Flüssigkristallmedium nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß es eine oder mehrere Verbindungen der Formel II1

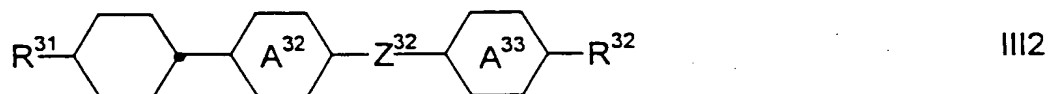
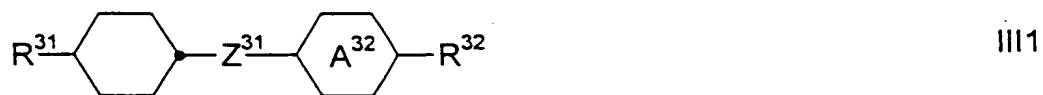


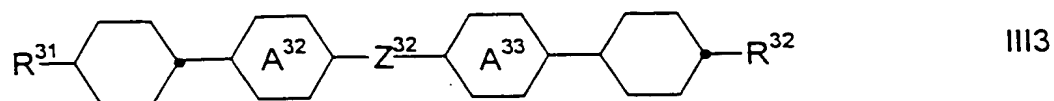
worin  $R^{21}$ ,  $R^{22}$ ,  $Z^{21}$ ,  $Z^{22}$   und I die in Anspruch 1 bei Formel II gegebene Bedeutung haben,

enthält.

4. Flüssigkristallmedium nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es eine Verbindung der Formel III nach Anspruch 1 enthält.

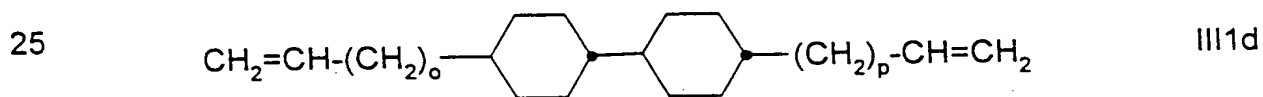
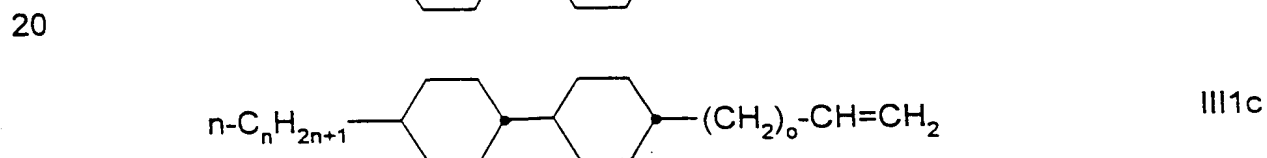
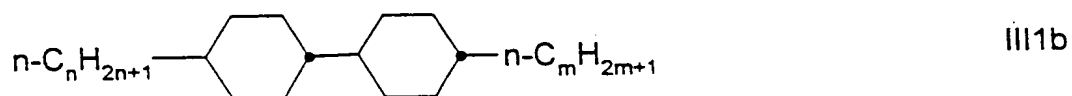
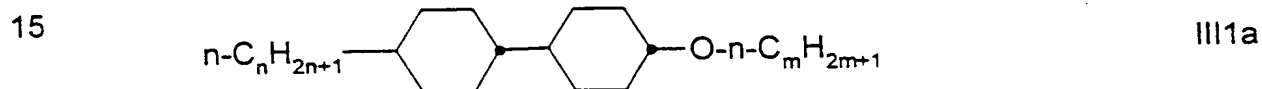
5. Flüssigkristallmedium nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln III1 bis III3





- 5 worin  $R^{31}$ ,  $R^{32}$ ,  $Z^{31}$ ,  $Z^{32}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_8(A^{32})$  und  $\text{C}_6\text{H}_8(A^{33})$  jeweils die in Anspruch 1 bei Formel III gegebene Bedeutung haben, enthält.

- 10 6. Flüssigkristallmedium nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen der Formeln III1a bis III1d



30 worin n und m jeweils unabhängig voneinander 1 bis 5 und o und p jeweils sowohl davon als auch voneinander unabhängig 0 bis 3 bedeuten,

enthält.

7. Flüssigkristallmedium nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es insgesamt
- 5 50 % bis 70 % an Verbindungen der Formel I,  
5 % bis 30 % an Verbindungen der Formel II und  
10 % bis 40 % an Verbindungen der Formel III
- enthält.
- 10 8. Verwendung eines Flüssigkristallmediums nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7 in einer elektrooptischen Anzeige.
- 15 9. Elektrooptische Anzeige enthaltend ein Flüssigkristallmedium nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7.
- 20 10. Anzeigeelement nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß es sich um eine Aktivmatrixanzeige handelt, mit einer Matrix von dreipoligen aktiven Schaltern.

20

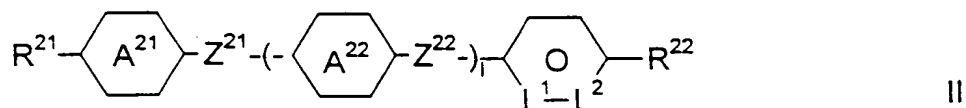
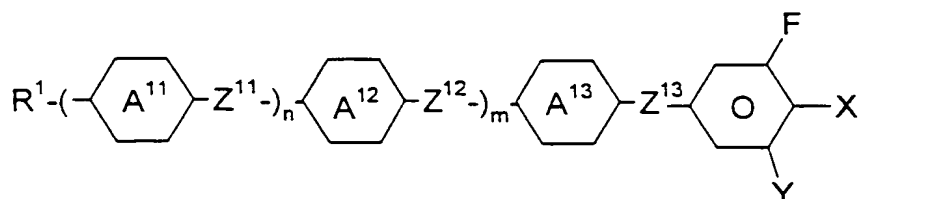
25

30

35

### Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft AMLCDs die Flüssigkristallmedium enthalten die a) mindestens eine Verbindung der Formel I und b) mindestens eine Verbindung der Formel II



wobei die verschiedenen Parameter die im Text angegebene Bedeutung haben, enthalten, sowie diese Flüssigkristallmedien und ihre Verwendung in elektrooptischen Anzeigen.

20

25

30

35

